Ver.2.02

ダブルショット・パイロライザー

MODEL　PY-2020iD

取扱説明書

フロンティア・ラボ 株式会社
FRONTIER LAB

ご使用の前に

１：フロンティア・ラボ社製ダブルショット・パイロライザーをお買い上げ頂きまして誠にありがとうございます。この製品を初めてご使用される場合には、（皆様の日常のお仕事に十分お役に立てるように）本取扱説明書をお読みください。

特に重要な事項と安全に関する項目は枠で囲んであります

２：この取扱説明書には、ダブルショット・パイロライザーにおける一般的な事項、装置の操作、保守、故障診断、その他と分類して記しております。また各社のガスクロマトグラフの説明書と併せてご利用下さい。

３：消耗部品は第 Appendix-1~2 に示してあります。ご購入に際しましては、弊社代理店にご用命下さい。

外観および仕様等は、製品改良のため予告無く変更することがありますので、ご了承ください。

製品保証について

お買い上げいただきました当社製造の製品について、下記の保証を致します。

記

１： **保証期間**　　据付けが完了した日から起算して一年といたします。

２： **保証内容**　　保証期間内に弊社の責により故障が生じた場合は、無償で修理いたします。

３： **保証除外事項**　　次の場合は、保証期間内であっても無償修理の対象にはなりません。

1)　正規の据付け状態で使用されなかった場合の故障
2)　乱暴な取り扱いや、誤ってご使用になった場合の故障
3)　据付け後、移動または輸送によって生じた故障
4)　分解または改造された場合の故障
5)　火災、地震など天災による故障
6)　消耗品及び、保証期間が限定されている部品

安全な取り扱いについて

１）　装置の取付け及び取外しの際は、必ず安全めがねを着装して作業をおこなってください。

２）　熱分解加熱炉部（PY）は、メッシュカバーで覆い安全には十分配慮しておりますが、ヒーター加熱によりメッシュカバー外側の温度は 50～80℃程度の高温となる場合があるため、直接手で触れないでください。

３）　点検等止むを得ず触れる場合や PY 部を取り外す場合は、手で触れる部分が十分に冷却している事を確認の上､電源ケーブルを抜いてから作業を行って下さい。

４）　PY 下部の ITF ニードル先端部は、鋭く尖っておりますので、十分注意して取扱いください。

出荷内容物の確認

据付け前に、出荷内容物をご確認ください。万一出荷内容物リストと中身が異なっていた場合や欠品あるいは損傷があった場合は、お手数ですが弊社又は弊社代理店までご連絡ください。

ダブルショット・パイロライザーの出荷内容物リスト

項　目		部品番号(P/N)[注]	梱包数	確認
A 熱分解装置本体		《下記の P/N は、追加発注時にご使用下さい。Appendix-1 参照》	1 式	
A1	加熱炉部本体	----------	1	
A2*	ダブルショットサンプラー	PY1-1020	1	
A3	液体試料注入用サンプラー（本体に付属）	PY1-1030	1	
A4	ダブルショットサンプラー用置台	PY1-2022	1	
A5	PY 保管用スタンド	PY1-3610	1	
A6*	試料カップ（ディスポーザブルエコカップＳF）	PY1-EC50F	20	
A7*	試料カップ（ディスポーザブルエコカップ LF）	PY1-EC80F	20	
A8*	エコスティック SF	PY1-ES10F	10	
A9*	エコスティック DF	PY1-ES20F	10	
A10*	試料カップ置台（エコスタンド）	PY1-EH10	2	
A11*	エコカップ釣具（エコピックアップ）	PY1-EP50	1	
A12*	石英熱分解管	PY1-2018	2	
A13*	ITF 用グラファイトベスペルフェラル（内径 6mm）	PY1-7911	2	
A14*	インターフェースニードル組（交換針２本付き）	PY1-3510	1	
A15*	蓄熱アダプター（ネジ 2 本、1.5ｍｍ六角レンチ付き）	PY1-3570	1	
A16*	水準器	PY1-7131	1	
A17*	セプタム：液体試料サンプラー用	PY1-2025	5	
B 温度制御装置				
B1	温度制御部本体	----------	1	
B2	AC コード	PY1-7003	1	
B3	ナイロンチューブ（冷却空気用、1.5m）	PY1-7801	2	
C. その他の付属品				
C1	システムチェック用カラム (5%フェニルシリコーン、30 m (0.25mm id) 0.25μm)	UA5-30M-0.25F	1	
C2*	標準試料 (ポリスチレン溶液 6μg/μl、脂肪酸エステル入り、0.5ml)	PY1-4905	1	
C3*	工具セット (ピンセット、スパナ、六角レンチ等、オーリング(SM-6))	PY1-K020	1	
C4*	発生ガス分析用キャピラリーチューブ Ultra ALLOY 2.5m (内径 0.15mm)	UADTM-2.5N	1	
C5	取扱説明書（本説明書）	PY1-7013	1	
C6	通信ケーブル（RS-232C, D-sub 9 pin メス）	PY1-7811	1	
C7	PY-2020iS / iD コントロールソフト（CD ROM）	PY1-5801	1	

＊　印は付属品ケースに入っています。

OPTION （その他の消耗品類は APPENDIX-1 を参照してください。）

1) HP5890A GC のオートサンプラー用架台 （以下から１種類指定）

① オートサンプラー取付け台（最新型 HP Part No: 18597-60255）
② オートサンプラー取付け台（①以前の旧型）
③ 100 試料トレイ板と取付け架台が一体のもの

2) 島津製作所社製 GC 用取付けキット（GC-2010、17A、1700 用、14 用）

3) PY-1010E: 選択的試料導入装置（SS-1010E）

4) PY-1050E: 雰囲気ガス切換え装置（CGS-1050E）

5) PY-1082E: F-Search Ver.2（発生ガス/パイログラム-MS ライブラリー、添加剤-MS ライブラリー）

6) PY-1030E: マイクロジェット・クライオトラップ（MJT-1030E）

7) PY-1020E: オートショットサンプラー（AS-1020E）

目　　次

ご使用の前に A-2

製品保証について A-2

出荷内容物の確認 A-3

目次 A-5

第1章 ダブルショット･パイロライザーについて 1-1

1.1 その開発の背景 1-1

1.2 PY-2020iD の特徴 1-2

1.3 本熱分解装置の原理 1-5

1.3.1 ダブルショット法とは 1-5

1.3.2 発生ガス分析法について 1-5

第2章 仕様 2-1

第3章 据付け 3-1

3.1 据付け前の準備 3-1

3.2 キャリヤーガス配管の概略 3-2

3.3 据付け手順 3-3

3.4 温度制御器への接続と調整について 3-10

第4章 PY-2020iD コントロールソフトの操作方法 4-1

4.1 起動方法と画面の構成 4-1

4.1.1 起動方法 4-1

4.1.2 画面の構成 4-2

4.2 分析を始める前に 4-5

4.2.1 熱分解装置周辺装置の設定 4-5

4.2.1.1 使用する装置の選択 4-5

4.2.1.2 雰囲気ガスに空気を用いる場合の設定 4-6

4.2.2 インターフェース温度の設定 4-7

4.3 各分析モードにおける条件設定と操作例 4-8

4.3.1 Single-Shot Analysis における設定と操作手順 4-8

4.3.2 Double-Shot Analysis における設定と操作手順 4-10

4.3.3 Direct EGA Analysis における設定と操作手順 4-13

4.3.4 Heart-Cut EGA Analysis における設定と操作手順 4-15

4.4 その他の機能について 4-17

4.4.1 設定条件の保存と呼び出し 4-17

4.4.2 熱分解炉の温度補正と各種バルブの動作確認 4-17

4.4.2.1 熱分解炉の温度補正 4-18

4.4.2.2 各種バルブの手動動作確認 4-18

4.4.2.3 連続使用回数の上限の設定 4-18

4.4.3 設定条件の印刷 4-19

4.4.4 通信速度の設定と通信ポートの設定 4-20

4.4.5 Py Conditioning Table による熱分解炉温度のタイマー設定 4-20

第5章　メインテナンス 5-1

5.1 日常のメインテナンス 5-1

5.1.1　熱分解加熱炉部 5-1

5.1.2　GC 注入口部 5-2

5.2 定期メインテナンス 5-3

5.2.1　熱分解加熱炉部 5-3

5.2.2　GC 部 5-4

5.2.3　温度制御器部 5-4

5.2.4　長期間使用しない場合 5-4

第6章　トラブルシューティング 6-1

6.1 熱分解加熱炉部 6-1

6.2 温度制御器部 6-3

6.3 トラブルシューティングの代表例 6-4

第7章　基本性能の確認 7-1

7.1　シングルショット・パイロライザーとしての基本性能の確認 7-1

7.1.1　GC 基本性能の確認（熱分解装置のついていない状態での確認） 7-1

7.1.2　熱分解装置の装着後における不活性さと高分離能の確認 7-2

7.1.3　熱分解装置の装着後における基本性能（パイログラムの再現性）の確認 7-2

7.2　ダブルショット・パイロライザーにおける高沸点試料の溶出性能の確認 7-3

7.3　発生ガス分析とダブルショット法の分析例 7-4

7.3.1　発生ガス分析の確認 7-4

7.3.2　ダブルショット法による分析 7-6

性能保証書 性能保証書

消耗部品リスト Appendix-1

オプション製品一覧 Appendix-3

ご提案・ご質問用紙 Appendix-4

第１章　ダブルショット・パイロライザーについて

1.1 その開発の背景

熱分解ガスクロマトグラフィー（PY-GC）分析法は、不溶性材料や複合材料をごく微量試料量で、通常何の処理もせずに分析でき、他の手法では得難い独特の情報が得られることから、ポリマー・キャラクタリゼーションにおいて、近年多用化されるようになってきました。しかしながら、この手法の問題点は、観測されるパイログラムの再現性や熱分解で生じた極性成分の吸着と高沸点成分の凝縮に伴う各種の問題がありました。

そこで弊社は、これらの問題を解決するために、名古屋大学柘植教授らの考案による“試料を入れた微小カップを、室温に保持した状態で、重力を利用して自由落下により小型縦型熱分解炉心に落下する手法（数10msec 以内の熱分解速度)”を採用し、さらに装置を抜本的に改良しました。この装置は、精密な温度制御法や装置内の熱分解生成物の凝縮を最小とするような構造であり、再現性に格段に優れており、ダブルショット・パイロライザー（PY-2010D）として 1992 年に製品化いたしました。

このダブルショット・パイロライザーは、従来の熱分解装置では識別できなかった高分子試料中に元々含有されている揮発性成分と熱分解によって発生するフラグメントとを識別して分析するために、最初に揮発性成分を 100℃から 300℃程度の範囲で昇温あるいは定温加熱により分析し、引き続いて、基質ポリマーを 500～800℃で、自由落下により瞬間熱分解する、二つの方法を一つの装置で実現する全く新しい手法を考案しました。また自由落下方式の従来の瞬間熱分解装置は、シングルショット・パイロライザーとして製品化いたしました。

さらに翌年には高精度昇温プログラミングが可能な同装置を用いて、高分子試料の昇温加熱過程の刻々の温度で連続的に発生する揮発、分解生成ガスを直接 GC や質量分析計（MS）の検出系に導入する新しい発生ガス分析法（Evolved Gas Analysis：EGA）を提案しました。この手法は、現在では熱重量分析法（TG）と同等な発生ガス曲線が極めて簡便に得られることから、高分子試料の熱的挙動の解析や加熱過程での化学変化の詳細な解析、さらには工場における品質工程管理などにも、広く使用されるようになりました。

そしてこのダブルショット・パイロライザーは、発売してからわずか 6 年間で約 350 台が国内外で使用され、フィラメント型やキューリーポイント型の熱分解装置よりも、はるかに再現性に優れた高信頼性で使い易い装置であることが認められてきました。

さらに弊社開発の Ultra ALLOY®金属キャピラリーカラムは、この Py-GC 法においては、溶融シリカ（FS）キャピラリーカラムと比べ、約４倍の耐汚染性と 50℃以上も高い耐高温特性を生かして、C_1 から C_{100} を超える熱分解生成物の高分離に威力を発揮しております。

ダブルショット・パイロライザー: 特許 No:2742492
ダブルショット・パイロライザー、Ultra ALLOY®：フロンティア・ラボ（株）の登録商標

弊社の研究開発陣は、ダブルショット・パイロライザーをより使いやすくするため、その後基礎的研究を精力的に行い、その成果として、次の製品を発表してきました。

@不活性試料カップと引き上げ金具 （不活性ステンレス製カップと取付け柄を脱着・装着可能とし、熱分解後のカップの1回での引き上げ回収率をほぼ100%に上昇させました。）

@ディスポーザブルエコカップ （ステンレス製カップの不活性化処理を低コストで行うことにより、使い捨てが可能となりました。これにより、再利用のためのクリーニングが必要が無いことに加え、試料カップ内面の活性度の変化による極性化合物への影響ならびにキャリーオーバーの懸念を排除することができます。）

@キャリヤーガス切換え装置 （Carrier Gas Selector：CGS-1050E）≪2種類のキャリヤーガスを切換える装置≫

@パージ型試料サンプラー（パージ機構付きの試料サンプラー）

@GC/MS アダプター（400℃でもリークが極めて小さく安価な GC/MS アダプター）

@EGA/MS ライブラリ（136種類のポリマーの MS を利用した EGA データベース）

@選択的試料導入装置（Selective Sampler:SS-1010E）≪試料加熱時における EGA カーブの任意加熱温度範囲における溶出画分を、分離カラムに選択的に導入可能な装置≫

@オートショット・サンプラー（Auto-Shot Sampler:AS-1020E）≪試料カップの回収方式に加圧キャリヤーガスによるニューマチック回収法を採用した世界初の縦型加熱炉対応オートサンプラーです≫

これらの周辺装置開発に伴い、ダブルショット・パイロライザーを用いた応用範囲もひろがりました。それにつれて、弊社開発陣は、熱分析の手法をさらに取り入れた装置の改良や、高分子の組成分析をより詳細にするため、昇温初期温度を室温付近から精密に昇温可能な装置や、MS を使用するための諸々の周辺装置などを制御できる、より高性能の次世代のダブルショット・パイロライザー（PY-2020D）を開発するにいたりました。PY-2020iD は、パイロライザーならびにオプション製品の制御を PC から行うことにより、使い易さと汎用性を高めた PC 制御ダブルショット･パイロライザーです。

1.2 PY-2020iD の特徴

ダブルショット･パイロライザーPY-2020iD は､PY-2020D を更に易くするために、熱分解加熱炉部と温度制御部を大幅に改良した次世代の熱分解装置です。本取扱説明書にその詳細を記しました。この装置の特徴を簡単に示します。

1. PY-GC の装置において重要な３つの基本性能を保証
   - 流路の不活性さ（各種極性化合物のピーク形状で判定）
   - 550℃におけるポリスチレンの熱分解生成物の相対強度：14±1.5% その変動係数： 2%以内（白金カップ）、3%以内(エコカップ)
   - 高沸点成分の溶出（C_{40}/C_{18}のピーク面積から、理論収率 70%以上）
2. １つの装置で３つの分析法が可能です。
   - シングルショット法
   - ダブルショット法
   - 発生ガス分析法
3. インターフェース部の温度制御に新たなアルゴリズムを採用することにより、熱分解加熱炉の初期温度が 40℃からの昇温分析が可能です。

4. 発生ガス分析における任意温度画分の自動サンプリングが可能です。
5. PC 制御とすることにより、使い易さと汎用性を高めました。

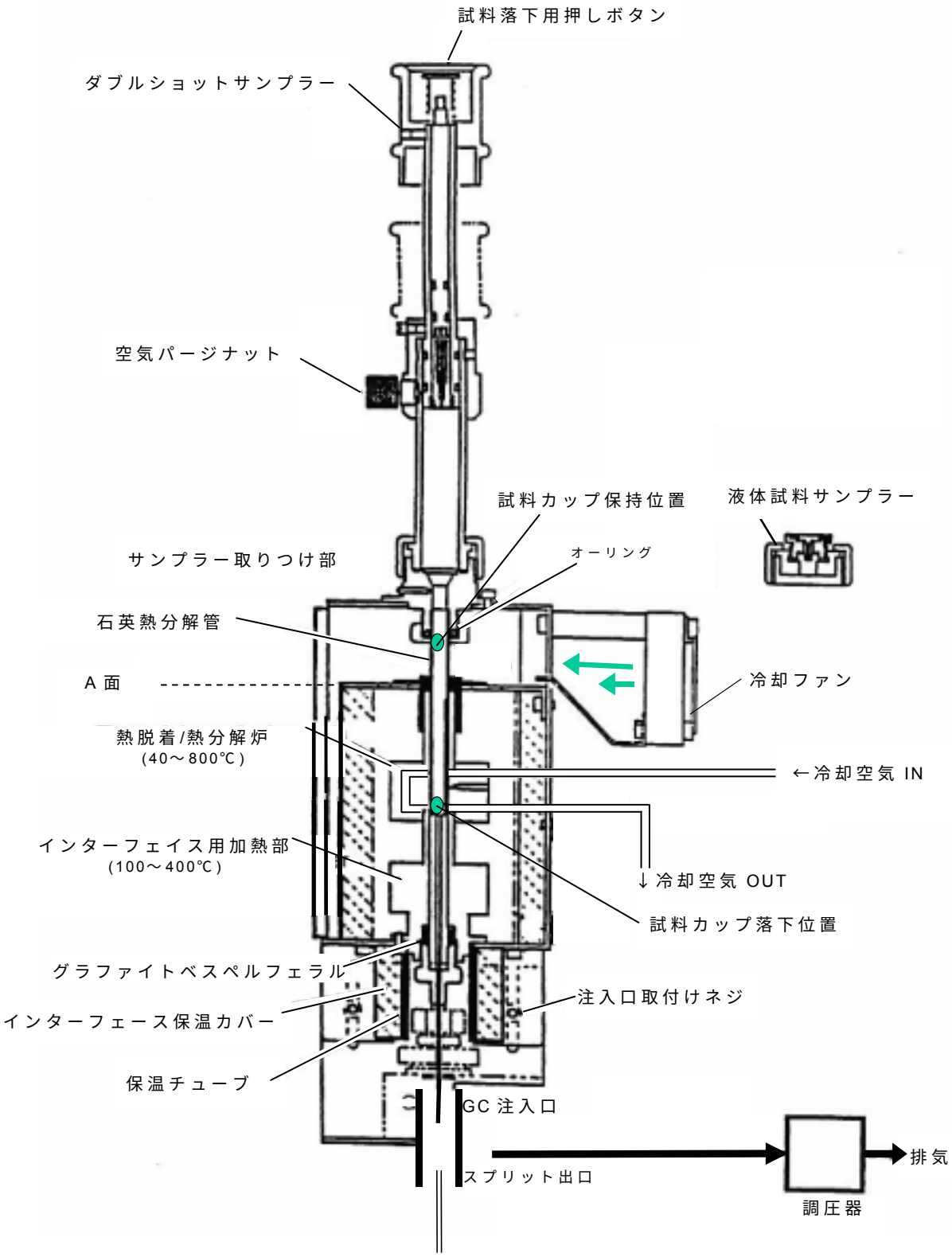
ダブルショット・パイロライザーPY-2020iD とその周辺装置の組み合わせを Table1 に示します。

Table１　PY-2020iD を用いる各種分析法と周辺装置の組み合わせ

使用可能な周辺装置 / 各種分析法	GC キャピラリーカラム	不活性キャピラリー管	キャリヤーガス切換え装置	選択的試料導入装置	マイクロジェット方式のクライオトラップ装置	EGA/MS ライブラリー	PyChro-MS ライブラリー	オートショット・サンプラー
瞬間熱分解法（シングルショット法）	◎	―	◎	○	◎	○	◎	◎
多段階熱分解法（ダブルショット法）	◎	―	◎	○	◎	○	◎	―
発生ガス分析法（EGA 法）	◎	◎	◎	◎	◎	◎	○	―

◎： 最適
○： 使用すると便利
―： 不可

ダブルショット・パイロライザーの構造



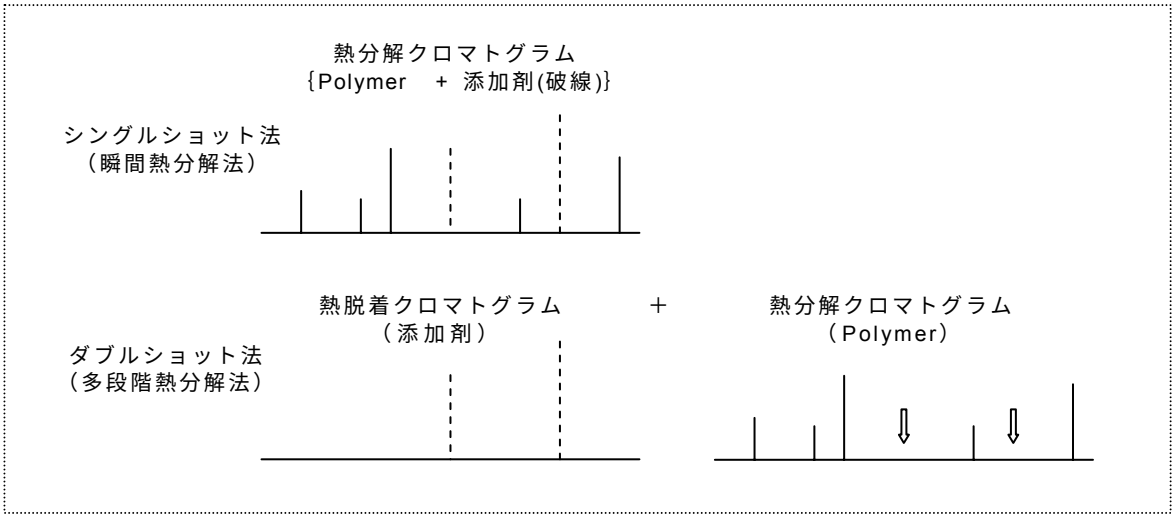
1.3 本熱分解装置の原理

1.3.1 ダブルショット法とは

採用しております熱分解法は古典的といわれてきました一定温度加熱炉方式であり、その炉を縦型とした、縦型ミクロ加熱炉を用いております。また温度制御は、最近の技術により非常に精度が高いしかも再現性に優れたフィードバック方式を採用しております。従来の熱分解装置としてのみご使用の場合は、上記縦型ミクロ加熱炉の炉心部に、小さな試料カップに入れた 1mg 以下のポリマー試料を重力による自由落下を利用して瞬時（数 10msec 以内)に熱分解させます。

またポリマーキャラクタリゼーションとして有効なダブルショット方式は、まず初めにポリマー中の揮発性成分を熱脱着法により分析し、残りの基質ポリマーを上記の自由落下方式により瞬時に熱分解することで、１つの試料から２つの異なった情報を得るものです（弊社特許 No. 2742492）。 下記に従来のシングルショット法とダブルショット法の違いを簡単に示します。

例えば、添加剤を含んでいる未知ポリマーの場合は下図に示すように従来の熱分解法（シングルショット法）では、これら添加剤《点線》とその熱分解生成物そしてポリマーの熱分解生成物の混合クロマトグラムとなります。このような場合、豊富な経験やコンピューターを使用したデーターライブラリーの検索による解析が必要となります。さらに添加剤の量、あるいは種類が違えばパイログラムはより複雑になります。そこで気化しやすい成分のみを予めポリマーから熱脱着し、その後基質ポリマーを熱分解するダブルショット法が非常に有力となります。



1.3.2 発生ガス分析法について

ポリマーの連続昇温加熱による発生ガスのプロファイルを知ることは、ポリマー全体の様子を知ることであり、これは非常に重要な情報であります。この方法としては熱重量分析法(TG)およびそれを利用した発生ガス分析法が知られていますが、取り扱いの不便さ、高価格、インターフェースの冷却点の存在、吸着活性点の問題などがあり、まだ開発の域を出ておりません。そこで当社は、この発生ガス分析法をダブルショット・パイロライザーを用いることにより可能としました。

第２章　仕様

本システムは熱脱着部も兼ねた熱分解加熱炉部、インターフェース部、温度制御部の３つの部分から構成されております。

	ダブルショット・パイロライザー	シングルショット・パイロライザー
	PY-2020iD （PC 制御）	**PY-2020iS** （PC 制御）
1. 保証性能	分析条件は、本マニュアルの第7章参照	
① パイログラムの再現性（FID）	PS（30ug）の 550℃における瞬間熱分解において、スチレントライマー（SSS）とモノマー（S）比：14±1.5%, その変動係数： <2%（白金カップ）、<3%（エコカップ）	同左 同左
② Py-GC の不活性さ・分離能	GC 注入口でのピーク形状と同等（溶媒ピークを除く）	
③ 高沸点成分の溶出（FID）	C_{40}/C_{18} の理論収率で 70%以上	N.A.
2.加熱炉とサンプリング部	（ダブル・ヒーター採用の小型縦型加熱炉）	同左
● **熱分解加熱炉**	熱交換型加熱ブロック採用	加熱ブロック（強制冷却不可）
試料導入方式	重力落下プッシュボタン式・手動上下移動	重力落下プッシュボタン式
熱分解管材質	石英製	同左
温度制御範囲/安定性	40～800℃（1℃毎）/ ±1℃以内	70～800℃
冷却方式	窒素ガス又は圧縮空気による強制冷却	N.A.
冷却時間 (圧力 500kPa で)	30 min 内 (600→50℃, ITF 自動モード時)	N.A.
● **インターフェース部(ITF)**	（カートリッジヒーター採用）	同左
温度制御範囲/安定性	100～400℃（1℃毎）/ ±1℃以内	
ITF ニードル	横穴針（内面は傾斜多層膜の不活性化済み）	
● **サンプラー**		
ダブルショット用	ダブルショット・シングルショット共用	N.A.
シングルショット用	N.A	瞬間熱分解専用
液体試料注入用	通常のマイクロシリンジ（10ul）使用可能	同左
● **試料カップ**		
ディスポーザブルエコカップ SF（小）	50μl（不活性処理済みステンレススチール製）	同左
ディスポーザブルエコカップ LF（大）	80μl（不活性処理済みステンレススチール製）	同左
3. 温度制御部	PC 制御 （PC は別途準備）	同左
● **ファンクション**	SGL/DBL, Direct EGA, Heart-Cut EGA , ITF temp, Method File, TempMonitor, Maintenance	SGL, ITF temp, Method File, Temp Monitor Maintenance
	他の機能: 選択的試料導入装置とマイクロジェット方式のクライオトラップの制御,温度校正、設定条件のプリンター出力等)	同左
● 温度制御入力範囲		
熱分解加熱炉	40～800℃（1℃毎）昇温可能 (4段階昇温可能)	40～800℃（1℃毎に設定可、恒温制御、120℃以下は ITF 温度に影響される
昇温速度	1～100℃/min (1℃/min 毎)	同左
ホールド時間	1～999.9 min (0.1 min 毎)	同左
熱分解時間	1～999.9 min (0.1 min 毎)	同左
ITF	40～400℃（1℃毎）自動/手動制御可能	同左
AUX	40～400℃（1℃毎）昇温可	N.A
● 過熱防止温度	PY：820℃, ITF：420℃	同左
● 通信機能	RS232C	同左

4. 標準付属品	ダブルショット・パイロライザー	シングルショット・パイロライザー
	PY-2020iD （PC 制御）	**PY-2020iS** （PC 制御）
石英熱分解管	2 本	同左
Ultra ALLOY キャピラリーカラム	5%フェニルシリコーン、30m (0.25mm id)、0.25μm 1本	同左
発生ガス分析用キャピラリーチューブ	2.5m (0.15 mm id) (不活性化チューブ UADTM) 1 本	N.A.
ITF ニードル	2 本	同左
標準資料（ポリスチレン溶液）	0.5ml (6μg/μl、脂肪酸メチルエステル入り)	0.5ml (6μg/μl)
工具セット	1 セット	同左
通信ケーブル	RS-232C 3m	同左
制御ソフトウェア	CD 1 枚 （Windows 98、NT（SP5）、2000、XP、Vista）	同左
5. その他		
所要電源	AC100/110V（50/60 Hz）6A (MAX) （AUX 未使用時：4A MAX）	同左
大きさ（WXDXH mm）/（kg） 熱分解炉部 温度制御部	 76X125X215/1.4 120X310X310 / 5.4	 同左
推奨 GC、GC/MS	Agilent 7890、6890GC、Agilent5975 GC/MS 島津 GC- 2010、QP2010, QP5050 その他（要相談）	同左
6. オプション	• PY-1010E: 選択的試料導入装置（SS-1010E）（発生ガスの任意温度画分を、回転バルブを使用せずにカラム先端部でのガス差圧を利用して、選択的にカラムに導入する装置） • PY-1050E: キャリヤーガス切換え装置（CGS-1050E）（空気と He ガス、PY1-1010E の併用を推奨） • PY-1030E: マイクロジェット・クライオトラップ(MJT-1030E)（GC 恒温槽内のカラム先端部にジェット流の液体窒素を吹付け、C_4 以上の成分を完全トラップする装置） • PY-1082E: F-Search (ポリマー発生ガス/パイログラム-MS ライブラリー、添加剤ライブラリー) • PY-1020E: 試料数48、ダブルショット・パイロライザー用オートサンプラー • PY-K202D: 消耗部品セット（ダブルショット用）（約 1 年分） • PY-K202S: 消耗部品セット（シングルショット用）（約 1 年分） • MS402180: Vent-free GC/MS アダプター • Ultra ALLOY 金属キャピラリーカラム（内径：0.25、0.5、1.2mm、長さ 5～60m、各種化学結合固定相液体）	

●ユーザー準備品

1） ガスクロマトグラフ（Split/Splitless 用注入口付き）：取り付け GC 機種に制限があります。

2） ダブルショット・パイロライザー：熱分解加熱炉冷却用窒素ガス又は圧縮空気（圧力：400～600kPa)が、外径 1/8 インチあるいは 3mm のパイプ（銅またはステンレス製）でパイロライザーの温度制御器の近くに設置されていること。(使用流量： 約7 L/min)

3） 電源 AC100V (4A 以上) （アース付き 3P 電源を必ずご用意下さい）

4） 制御用 PC：上記推奨 GC、GC/MS の場合、その制御用 PC 使用可、ただし OS は、Windows 98、NT(サービスパック 5 以降)、2000、XP 日本語又は英語版であること、RS-232C インターフェース 1 ポート（AS-1020E 使用時は 2 ポート必要）。

第 3 章　据付け

《Agilent6890 GC を例に、熱分解装置（PY）の据付け法を示します。他の GC への据付けは、取付けキットに付属するマニュアルを参照して下さい。》

3.1　据付け前の準備

注意

1：熱分解炉本体は GC へ取付けた後で、接続ケーブルを温度制御器に接続してください。
（最初に熱分解炉を温度制御装置へ接続すると、熱分解炉が加熱して危険です。）
2:据付け前に GC の注入口温度を OFF に設定して、100℃以下に冷却してから行って下さい。
（やけどの危険性があります。）
３:安全のため、据付け作業を行う時は、必ず保護メガネをかけてください。

準備１）設置するガスクロマトグラフ（Split/Splitless 用注入口付き）をご準備下さい。特に異なる GC への移設には、取付け GC 機種に制限がありますので、弊社の代理店あるいは弊社に直接ご連絡下さい。

準備２）熱分解炉の冷却には圧縮空気（圧力:400～600kPa，約 7L/min の消費量)が必要です。温度制御器のそばまで、外径 1/8“あるいは 3mm の空気あるいは窒素パイプが配管されていることが必要です。（FID 用の空気を分岐した場合は、高感度分析に影響があります）。

準備３）電源 AC100V(4A 以上）（アース端子付き電源を必ずご用意下さい）

準備４）設置場所（GC あるいは GC/MS の左右のどちらでも可能）として、20cm の幅をご用意下さい。

準備５）GC/MS でご使用の場合は、PY を GC へ据付ける前に、標準付属の Ultra ALLOY キャピラリーカラム≪5%フェニルシリコーン、30m(内径 0.25mm)を取付けて下さい。その後で、PY の据付けを行ってください。（据付け時間が短縮できます。）

《GC/MS へのカラム取付けは、カラムを注入口に取付け、He キャリヤーガスを約 5 分間流した後に、カラム出口を MS へ接続します。次に MS の真空を引き始めます。約 10 分後、注入口からカラムを外し、カラム入口側にセプタムを刺してシールし、真空を引き続けます。そして、PY の据付け後に、このセプタムを外して、カラム先端の約 1cm をカットして、再び注入口に接続します（できるだけ素早く行う事をおすすめします）。》

《GC/MS ITF(ITF)部には、下図の弊社製 GC/MS アダプター（Max:450℃）を推奨します。これは、カラム温度の昇温操作の繰り返しによっても、従来のベスペルフェラルのようなナットの緩みと空気漏れはありません。》

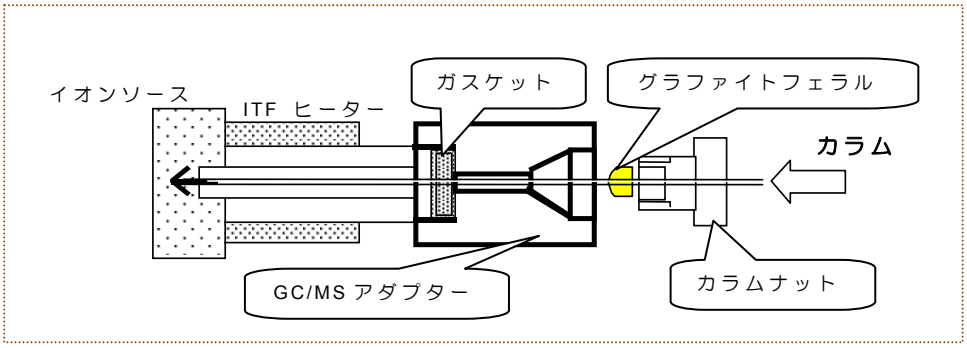


Fig. 3.1 F-LAB 製 GC/MS アダプター（P/N: MS604230）の略図

3.2　キャリヤーガス配管の概略

Fig.3.2 にパイロライザーを取付ける前後のキャリヤーガスの流路図を示します。
据付け作業の各ステップでご参照下さい。

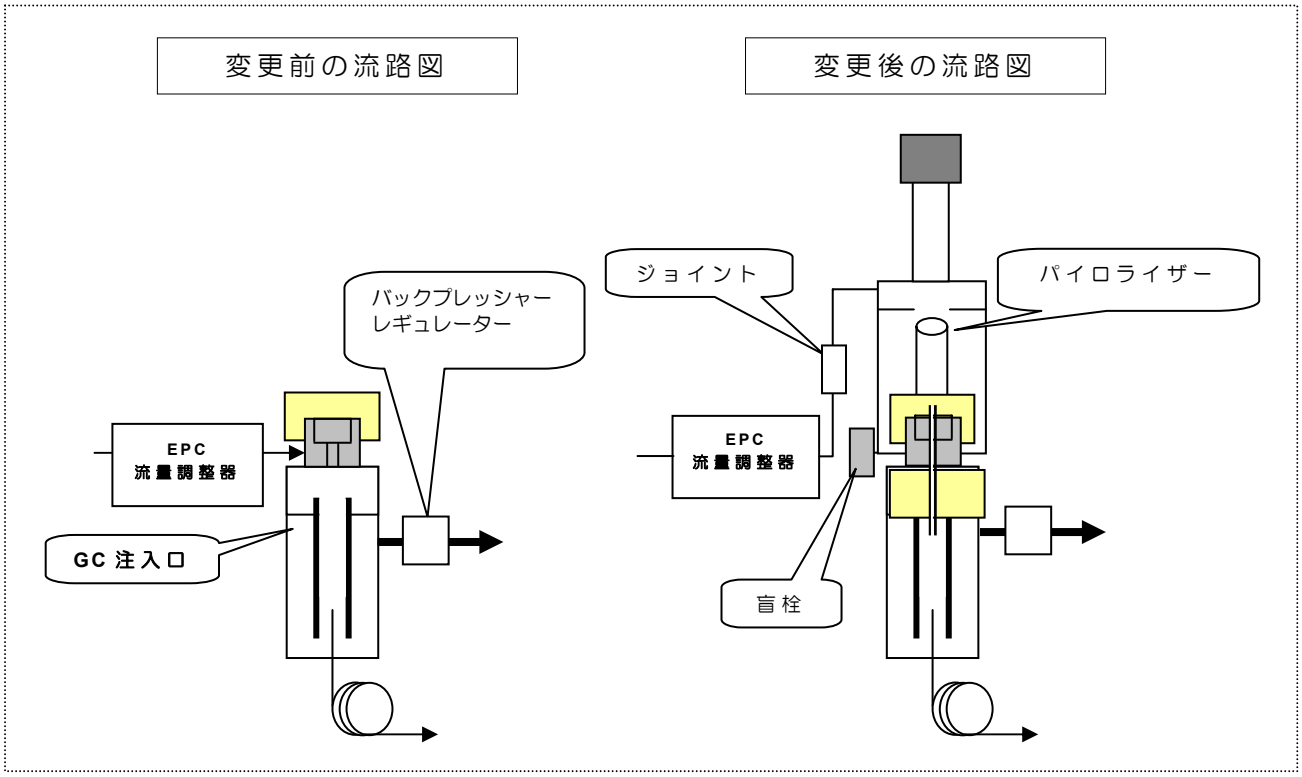


Fig. 3.2　熱分解装置の設置前後の流路図

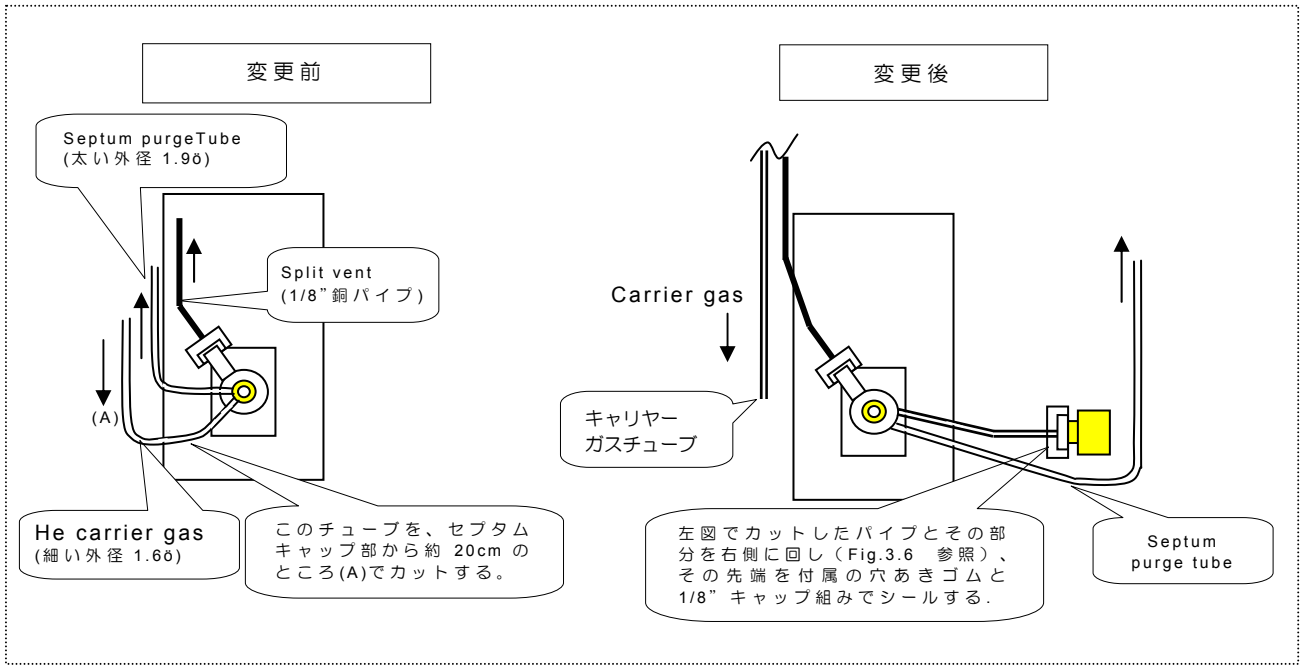


Fig. 3.3　配管変更前後の簡略図

3.3 据付け手順

STEP1：キャリヤーガスの配管変更とインサートの交換

1) Agilent6890 と 5890GC の注入口では、取付けキットに付属の不活性石英インサートおよびオーリングを使用します。

2) GC 注入口セプタムは取付けキットに付属する表面処理済みセプタムをご使用下さい（セプタムの焼付きを防止します）。その他のセプタムでは、Agilent 社製赤色セプタム（Agilent パーツ NO.5181-1263)をお勧めします。高温用セプタムは、連続使用で硬くなり、リークの原因となります。 グリーンセプタムは、ブリードが大きいため、お勧めできません。

① 注入口部のブルーのカバーパネル(Fig. 3.4)と注入口後方のファンカバーを GC 本体から外します。

② 注入口の着脱可能なナット部（セプタムキャップ及びキャリヤーガスとセプタムパージチューブがついている部分）を注入口から外します。

③ キャリヤーガスチューブ（外径 1/16”）を、この注入口上部から約 20cm のところ(A)でパイプカッターで切断します(Fig. 3.3)。

④ カットした着脱可能なナット部(Fig. 3.6)のパイプ端は、付属の 1/8”キャップと穴あきゴム栓を使用してシールします。

⑤ 現在使用中の注入口のガラスライナー（インサート）を、取付けキットに標準付属の石英インサートとオーリングに交換してから、着脱可能なナット部を元に戻します。そして、注入口部にカバーパネルを元に戻します。キャリヤーガスチューブとセプタムパージチューブは、Fig.3.6 のようにカバー右側面のスリットを通し、反対向きに取付けます。

⑥ GC 左奥上部のファンカバーを取付けます。

STEP2：熱分解加熱炉部（PY）取付け架台のＧＣへの取付け

STEP１の①で外したカバーパネルから、PY 取付け架台を取付ける位置のネジを取外します。その後、PY用の取付け架台を付属のネジ（長さ 15と 40mm）を用いて、取付けます。

前後の注入口に取付けた PY 取付け架台の写真を Fig.3.4 と Fig.3.5 に示します。

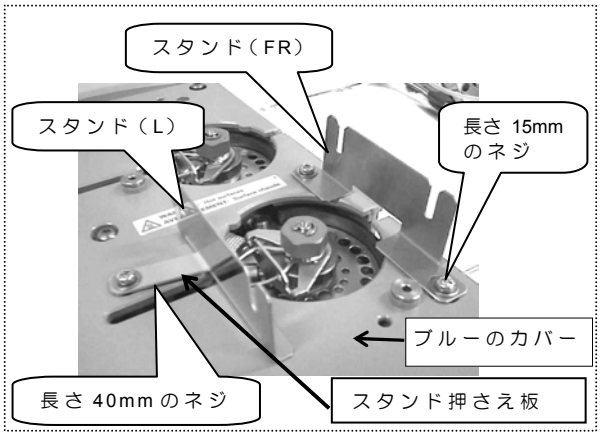


Fig 3.4　前の注入口へのスタンド取付け

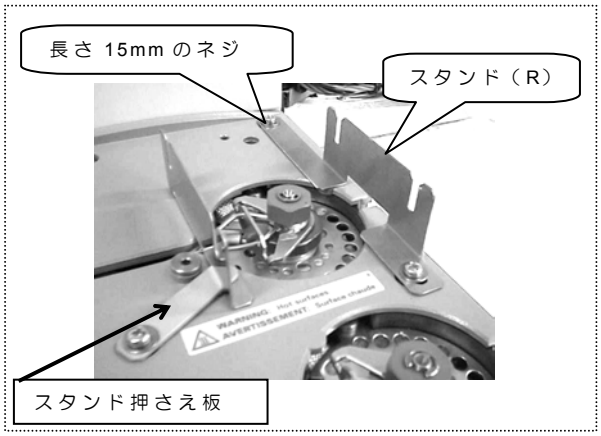


Fig 3.5　後の注入口へのスタンド取付け

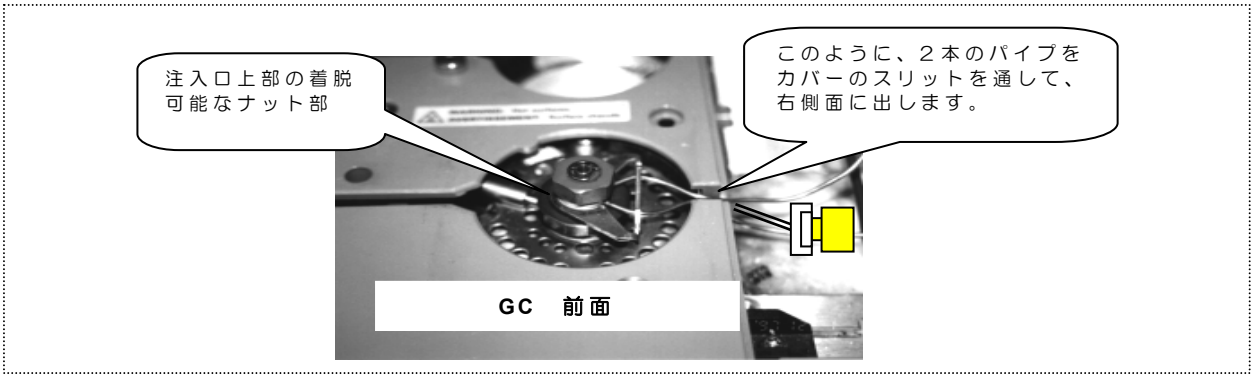


Fig. 3.6　注入口からのパイプ出し

STEP3: PY 中の輸送用ステンレス管の取外し

① PY を出荷箱から取出し、PY の安全網目カバーを取外します。

② 次に保管用 PY スタンドを、PY 下部の両側面のネジ（4 本）を緩めて、取外します。PY を使用しないときには、PY 下部のニードルは危険ですので、このスタンドに取付けて、保管してください。 (Fig. 3.7 参照)

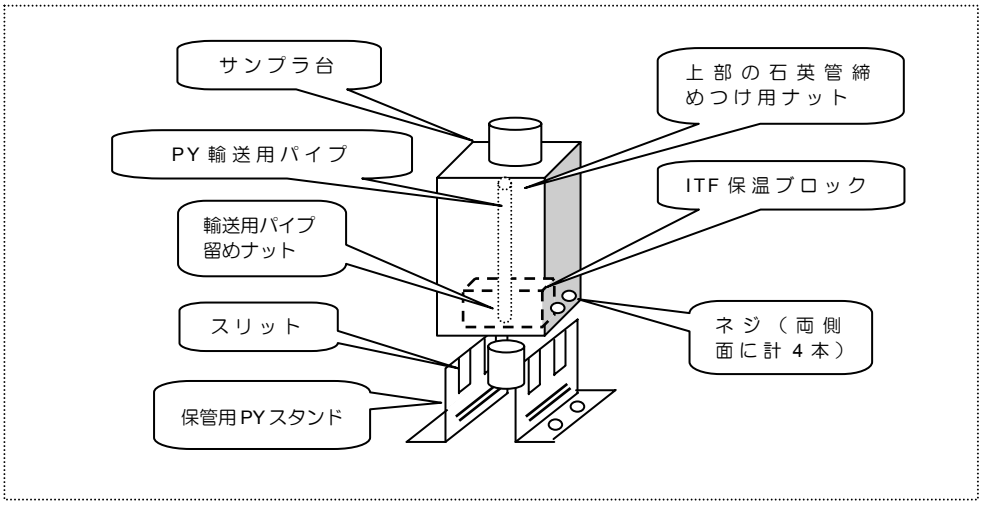


Fig.3.7　PY の出荷状態とその取外し

最初に PY に付いている輸送用ステンレス管を、ITF 保温ブロックを外してから、取除きます。これには最初に PY 下部の輸送用パイプ留めナットを緩め、さらに PY 上部の石英熱分解管用ナットを緩めてから、パイプを取外します。

《この時上部ナットは、緩めた状態（外さない）で、ステンレス管を取外すと、内部のオーリングが外れないため、石英熱分解管の再取付けが容易となります。》

STEP4:　PY への石英熱分解管と ITF ニードルの取付け（重要な項目です！）

この項目は日常のメインテナンスに、必要な項目ですのでマスターして下さい。

注意：
ITF ニードルの先端は鋭利に尖っています。作業時には保護メガネをかけて、十分注意を払ってください。

① 石英熱分解管は、パイロライザー下部から入れます。内径の大きい方から入れ、石英熱分解管の下部を回しながら、PY 上部のサンプラー台のナット部に押し込みます（Fig.3.10 参照）。STEP3 で上部のナットを外した場合は、ナット、ワッシャー、オーリングの順に石英熱分解管の先端に入れます。そして、上部のサンプラ台の下部にナットを手で締めて石英熱分解管を固定します。この時石英製熱分解管は、PY 下部から 1～2mm 程度出ます(Fig. 3.10)。

② 次に、6mm のグラファイトベスペルフェラルを Fig 3.8 のように入れます。さらに ITF ニードル組み（ITF ニードルは、スパナでしっかり締めてください）を取付け、手で軽く締め付けます。次に、PY 上部から標準付属の 6 角ドライバーの先端で石英熱分解管を約 1mm 押し下げ、下部の ITF ユニオンにぶつかるところまで押し下げます(Fig 3.9)。石英熱分解管下部と ITF 上部間に死空間があると、ピークのテーリングの原因になります。その後に付属のスパナ（12mm）で、きつく締めて下さい。（過度の締め付けは石英熱分解管を破損することがありますので、ゆっくり締めつけてください。）

③ 最後に石英熱分解管上部のナットを手で締めつけます(忘れることがあります)。

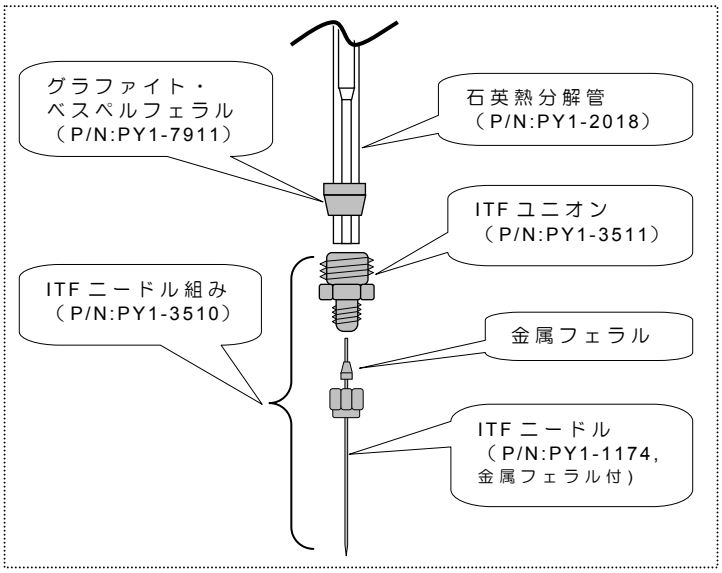


Fig.3.8 石英熱分解管と ITF ニードル部の関係

《上記ベスペルフェラルは、Max.320℃ですので、それ以上ではグラファイトフェラル（P/N:PY1-7921）を使用して下さい。使用法は同一です》

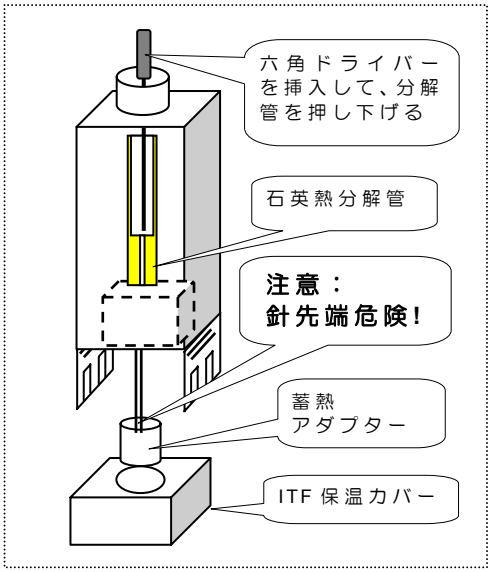


Fig.3.9 ITF ニードル取付け後とその取扱い注意

STEP5：ガス漏れチェック（PY を GC に取付けないで調べます）

パイロライザー本体部で、ガス漏れの可能性のある所は次の４ケ所です。（Fig.3. 10 参照）

①：サンプラー台のオーリング部（a）

②：PY 上部のオーリング部（b）

③：PY 下部のフェラル部（c）

④：ITF ニードル部の金属フェラル部（d）

漏れチェックの方法は次ページ「加圧検査法」を参照してください。

注意：
ITF ニードルの先端は鋭利に尖っていますので、作業には十分注意を払ってください。

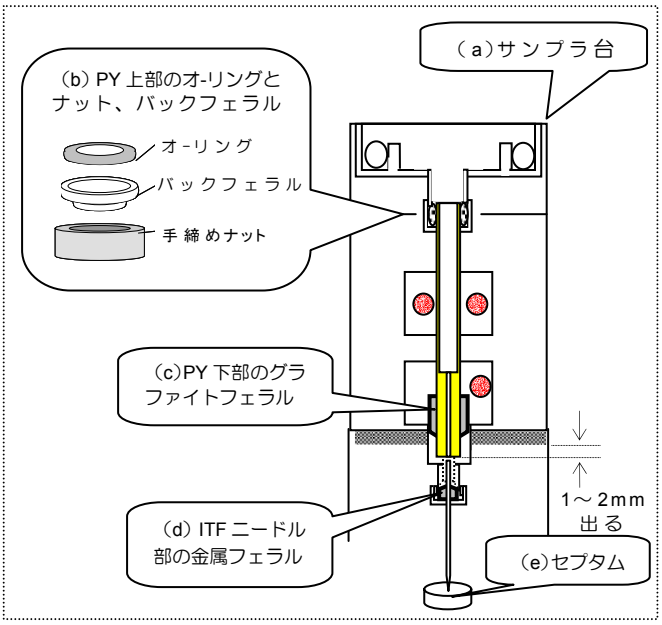


Fig 3.10 キャリヤーガスの漏れ検査箇所

加圧検査法：

1. キャリヤーガスをパイロライザーに接続します。
2. ガスを流しながら（50ml/min 程度）インターフェースニードルの穴をセプタムで塞ぎ、加圧します。
3. リークディテクターなどを使用して、上記①～④の部分にガス漏れがないかを検査します。

漏れがない場合は、インターフェースニードルの穴を塞いでいるセプタムをはずすと「プシューッ」と音がします。

（石英熱分解管が途中で折れている場合は、リークディテクターなどで漏れを検出できない場合があります。）

STEP 6：蓄熱アダプターの取付け(Fig. 3.11)

ITF ニードル側から蓄熱アダプターを入れて下さい。オートショットサンプラー用 ITF ユニオンをご使用の場合には、ITF ユニオン側面のパイプと、蓄熱アダプターのスリットを合わせて入れてください。その後、パイロライザーの底面と、蓄熱アダプターの上面の間に隙間がない状態にして、ネジで固定して下さい。

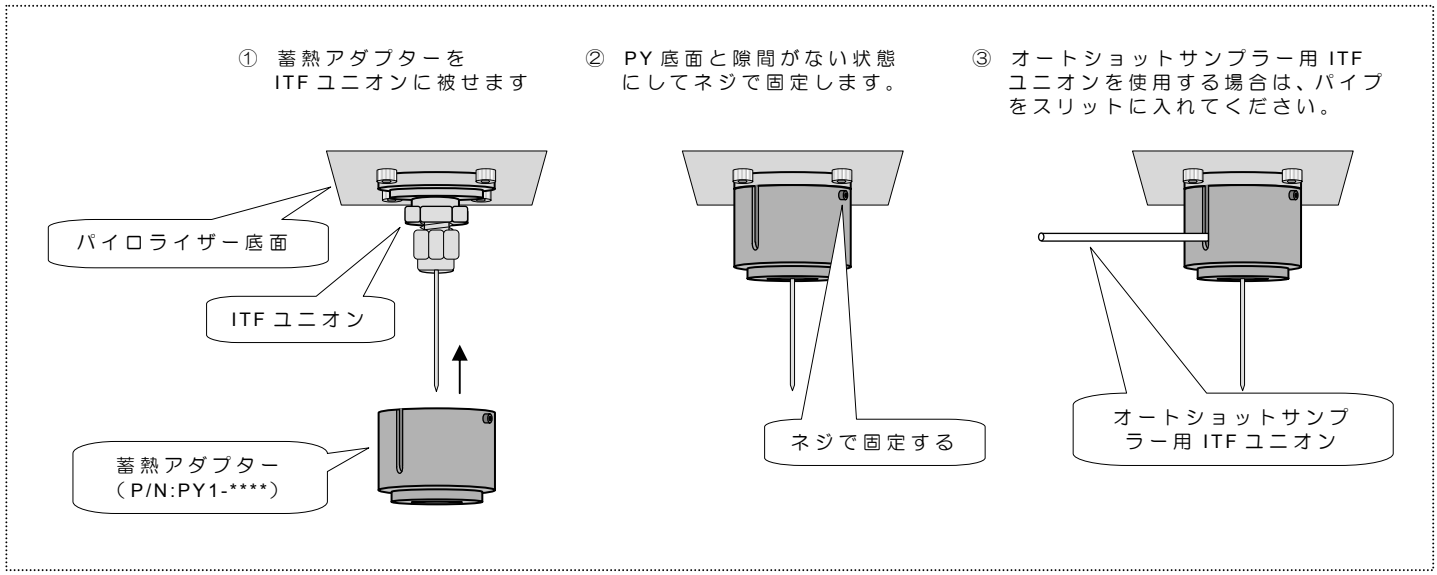


Fig.3.11　蓄熱アダプターの取付け

STEP 7：ITF 部保温カバーの取付け(Fig. 3.9)

ITF 部保温カバーを ITF ニードル側から入れ、ネジで固定してください。

STEP 8：GC 注入口への PY の設置

ITF ニードルを付けた状態で PY を、GC に設置しますが、ニードルの先端は非常に危険ですので、十分に注意して下さい。

① PY 下部の ITF ニードル先端部を GC 注入口のセプタムに刺し、まっすぐ押し下げ、GC 注入口のセプタムナットに押し付けて留めます。そして PY スタンドのスリット部に、Fig.3.12 に示した取付けネジ（両側の計 4 本）を付属の六角ドライバーを使って締めます。その時、パイロライザーが水平になるように、付属の水準器の使用をお勧めします。

《正常に設置された場合は、注入口のセプタムキャップがパイロライザーの保温カバーで覆われます。》

② 次に Step1 の⑤でカットしたキャリヤーガスパイプの一端を、PY の後部から出ているキャリヤーガス用パイプと 1/8”ユニオンを用いて接続します。接続後の PY 側面写真を Fig.3.13 に示します。この接続には付属の穴あきゴム栓を使用します。

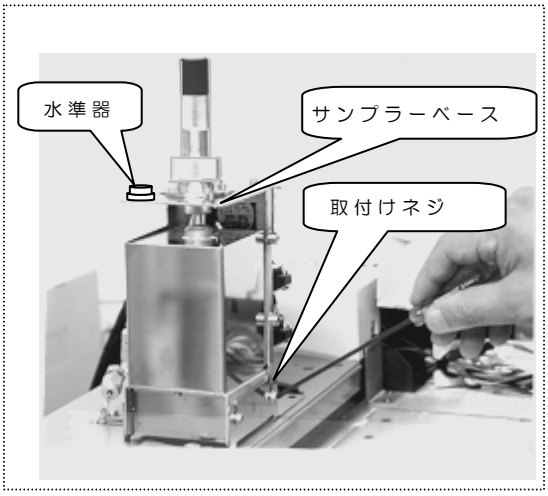


Fig.3.12　PY の GC 注入口への取付けと側面の取付けネジによる固定

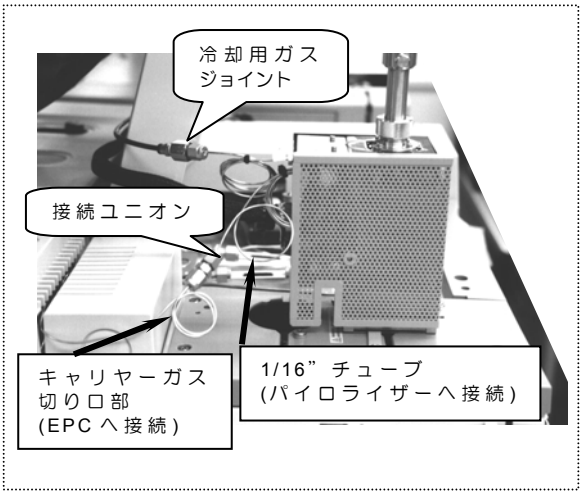


Fig.3.13　PY へのキャリヤーガスと冷却空気ラインの接続

STEP 9　PY 加熱炉の冷却用ガスラインの接続　（Fig.3.14 参照）

① 温度制御器背面カバーを外します。

② 冷却用ガス（窒素または空気）を,付属のナイロンチューブ（黒色、外径 4mm）のユニオン（Air In のラベルつき）に接続配管して下さい。片方を温度制御器背面にある、冷却用ガス制御電磁弁の下側の接続口にさしこんでください（強くさしこむと固定されます）。

③ PY 背面の冷却用ガス入口チューブ（Air IN のラベルつき）を、付属のナイロンチューブ（黒色、外径 4mm）のユニオン（Air Out のラベルつき）に差し込み、ナットをしめます。片方は①と同様に電磁弁の上側の接続口にさしこみます。

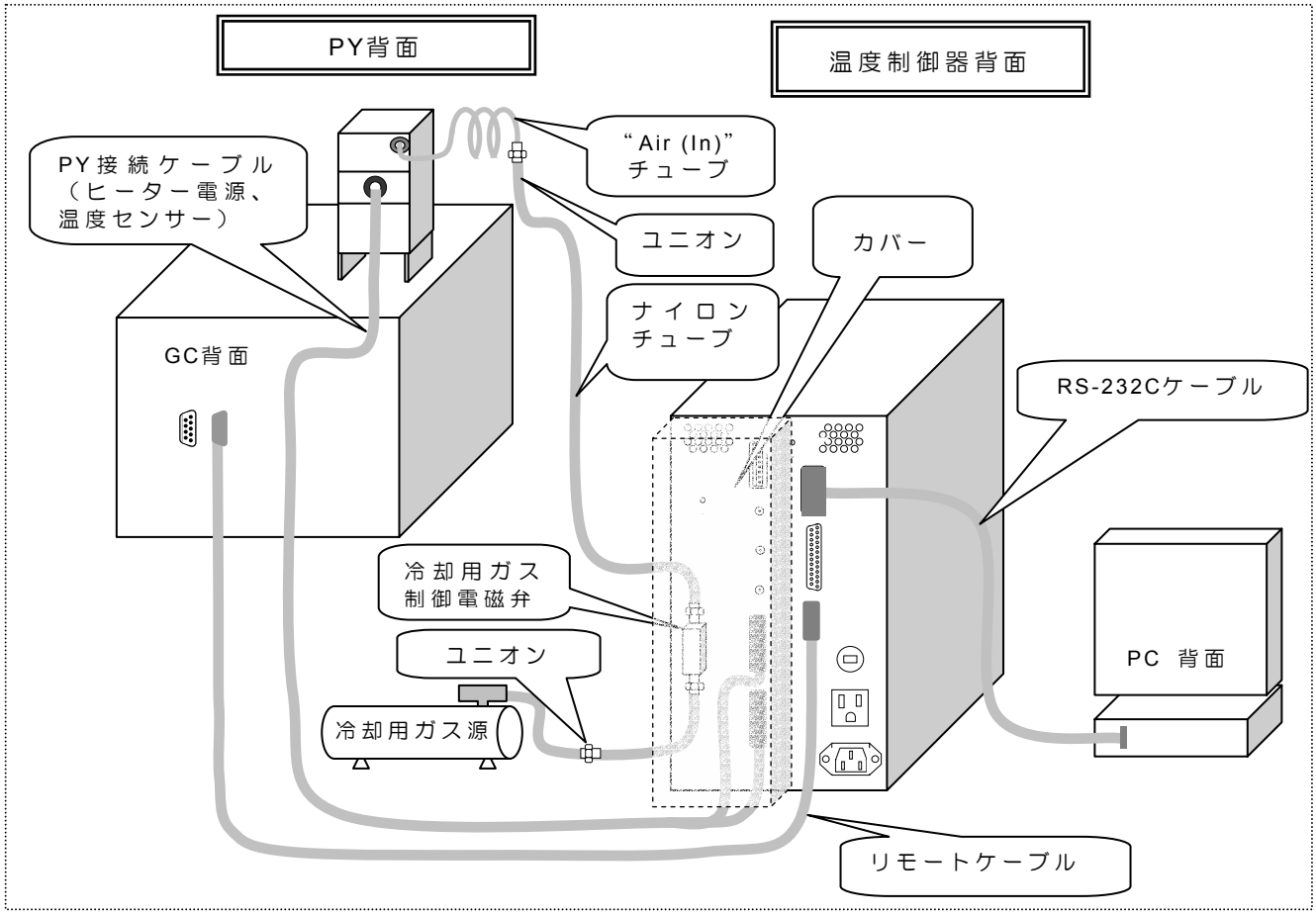


Fig. 3.14　PY 冷却用空気の温度制御への接続（Agilent6890 の場合）

クターは大きさが異なるので、誤って接続することはありません。

ケーブル接続後、STEP8 で外した背面カバーを取りつけてください。

STEP11　リモートケーブルの接続

付属のリモートケーブルで、温度制御器（GC-REMOTE）と GC（REMOTE）を接続します。

STEP12 RS232C ケーブルの接続

① RS232C ケーブルで PC のポート（Com1 ~ Com8）と熱分解装置の温度コントローラー背面の“PC control port”を接続します。

② オートショット・サンプラー（AS-1020E）をご使用になる場合には RS232C を用いてオートショット・サンプラー背面のポートと PC のポート（Com1 ~ Com8）を接続します。

STEP13 ソフトウェアーのインストール

① “PY-2020iD / iS control software”の CD ROM を PC の CD ドライバーにセットして下さい。

② セットアッププログラムが起動しますので画面の指示に従って操作して下さい。
パスワードは CD ROM ケースの背面に記載してあります。

STEP14 COM ポートの設定

Windows NTの環境下でご使用の場合は下記の手順に従いComポートの設定を行ってください。

① Windows のタスクバーから“Start”-“Settings”-“Control Panel”-“Ports”を選択して下さい。ポートの選択画面が表示されます。

② 使用するポートを選択し“Settings”ボタンを押して下さい。選択したポートの設定画面が表示されます。

③ “Advanced”ボタンを押して下さい。詳細設定画面が表示されます。

④ “FIFO Enabled”のチェックボックスからチェックマークを外し、“OK”ボタンを押して下さい。

⑤ Windows NT を再起動して下さい。

3.4 温度制御器への接続と調整について

この温度制御器の調整は、工場出荷前に行っておりますので、通常は調整不要です。

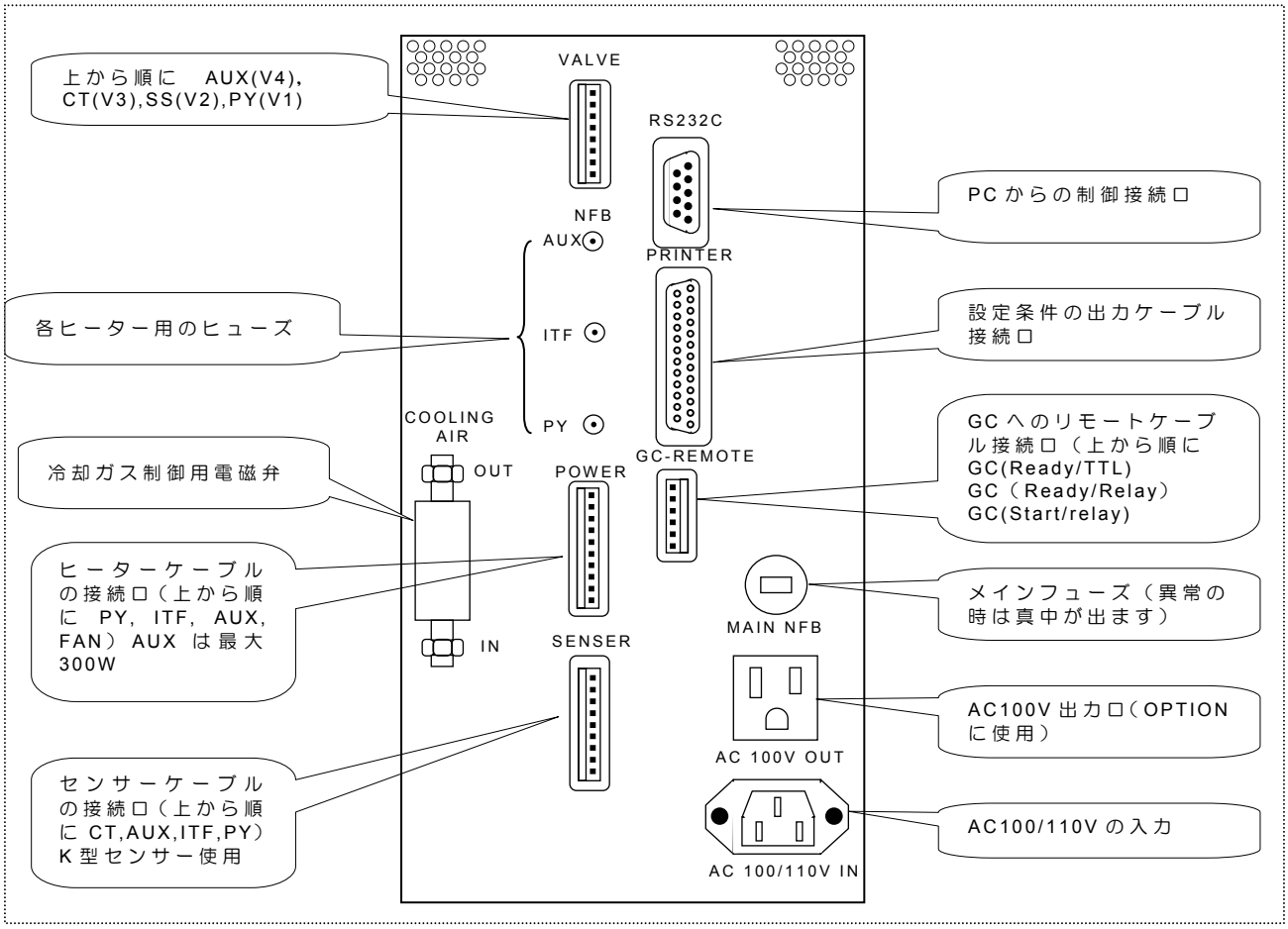


Fig. 3.15 温度制御器背面の各部について

第 4 章　PY-2020iD コントロールソフトの操作方法

4.1 起動方法と画面の構成

4.1.1　起動方法

スタートメニューより[プログラム] – [PY-2020iD Control] を選択します。Fig.4.1 が表示された後に Fig. 4.2 が表示されます。

Fig. 4.1　PY-2020iD Control の起動画面

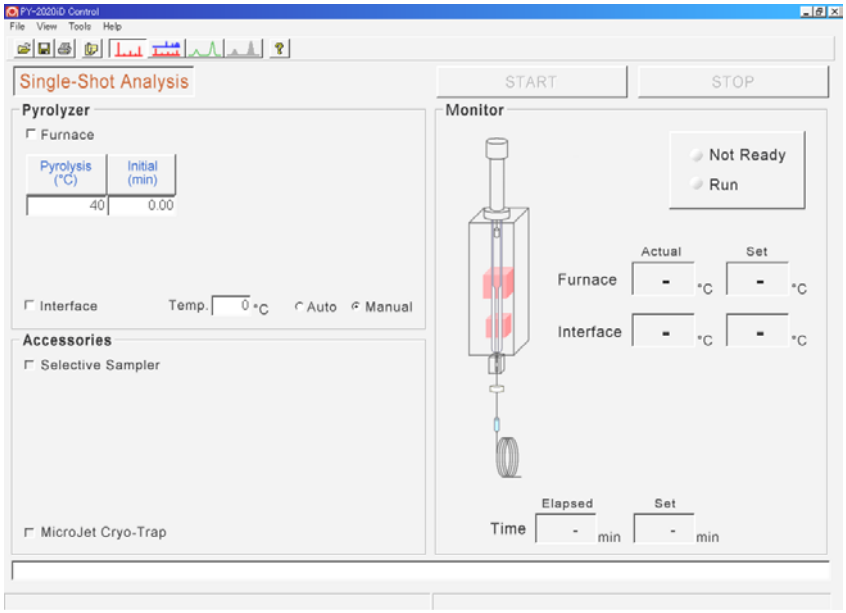


Fig. 4.2　シングルショットモードの設定画面

4.1.2 画面の構成

Fig. 4.3 にメイン画面の構成を示します。各部の機能は以下のとおりです。

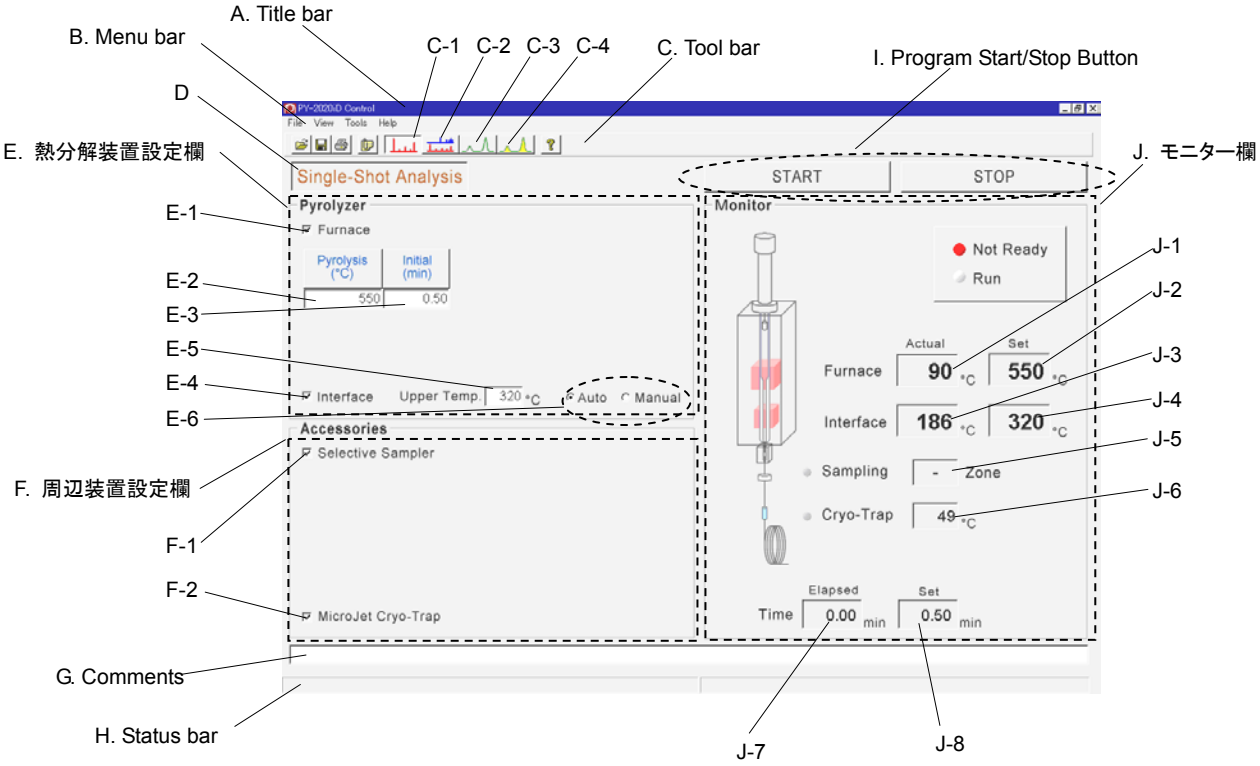


Fig. 4.3　メイン画面の構成

A.タイトルバー　　：現在使用しているメソッド名が表示されます。

B.メニューバー　　：各メニューが表示されます。

C.ツールバー　　：各種のアイコンが表示されます。

C-1　　：Single-Shot Analysis が選択されます。

C-2　　：Double-Shot Analysis が選択されます。

C-3　　：Direct EGA Analysis が選択されます。

C-4　　：Heart-Cut EGA Analysis が選択されます。

D　　：現在選択されている分析モードが表示されます。

E. 熱分解装置設定欄：熱分解装置の各部の条件設定を行います。この部分の構成は選択されている分析モードにより異なります。

E-1　　：熱分解炉ヒーターの ON / OFF を行います。チェックボックスにチェックマークを入れるとヒーターが ON になります。

E-2　　：熱分解炉の温度を設定します。

E-3　　：選択的試料導入装置またはマイクロジェット・クライオトラップを自動制御する時間を設定します。プログラムを開始後、選択的試料導入装置はここで設定した時間の間 Sampling を行い、一方マイクロジェット・クライオトラップでは冷却トラップを行います。

E-4　　：インターフェースヒーターの ON / OFF を行います。チェックボックスにチェックマークを入れるとヒーターが ON になります。

E-5　　：インターフェースの温度を設定します。

E-6　　：インターフェース制御モードの選択を行います。“Manual”に設定した場合には E-5 で設定した一定の温度で制御されます。“AUTO”に設定した場合には熱解炉の温度より 100℃高い温度で自動制御されますが、E-5 で設定した温度が上限温度となります。

F. 周辺装置設定欄　：選択的試料導入装置およびマイクロジェット・クライオトラップの設定を行います。この部分の構成は選択した分析モードにより異なります。

F-1　　：選択的試料導入装置の制御モードの切換えを行います。自動制御する場合にはチェックボックスにチェックマークを入れてください。チェックマークをはずすと制御は行われません。

F-2　　：マイクロジェット・クライオトラップの制御モードの切替を行います。自動制御する場合にはチェックボックスにチェックマークを入れてください。チェックマークをはずすと制御は行われません。

G. コメント欄　　：各分析モード毎にコメントを記入できます。

H. ステータスバー　：プログラムの進行状況などが表示されます。

I. スタート/ストップボタン　　：プログラムのスタートおよびストップを行います。

J. モニター欄　　：各装置の動作状況を表示します。

J-1　　：熱分解炉の現在の温度

J-2　　：熱分解炉の設定温度または昇温プログラムの最終温度

J-3　　：インターフェースの現在の温度

J-4　　：インターフェースの設定温度

J-5　　：Heart-Cut EGA Analysis において現在サンプリング中の画分

J-6　　：マイクロジェット・クライオトラップのトラップ部の温度

J-7　　：熱分解装置の動作時間

J-8　　：熱分解装置の動作に要する時間

4.2 分析を始める前に

分析を始める前に弊社製熱分解装置の周辺装置（選択的試料導入装置・マイクロジェット・クライオトラップ等）の使用有無およびインターフェース温度とその制御モードを以下の手順により設定して下さい。

4.2.1 熱分解装置周辺装置の設定

4.2.1.1 使用する装置の選択

① [Tools] – [Instrument Set Up] を選択して下さい。Fig. 4.4 の画面が表示されます。

② お手持ちの周辺装置を使用される場合には、使用する装置のチェックボックスにチェックマークを入れてください。

③ 試料を加熱する際に用いるキャリヤーガス（雰囲気ガス）を Fig. 4.4 の A で選択して下さい。 通常はヘリウムを用いますが、空気を用いる場合には本マニュアルの 4.2.1.2 項を参照して下さい。

④ [Use as Default Value] を押すと、現在の設定が初期状態となります。

⑤ [OK] を押して下さい。

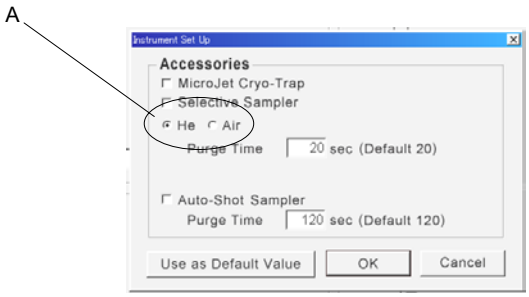


Fig. 4.4 周辺装置の設定

4.2.1.2　雰囲気ガスに空気を用いる場合の設定

この項目は雰囲気ガスに空気を用いて分析を行う場合の設定方法の説明です。　この分析を行う場合には、空気中で試料を加熱した後にキャリヤーガスをヘリウムに切換え、カラムと検出器内をヘリウムに置換してから測定を行う必要があります。　この分析を自動で行うためにはマイクロジェット・クライオトラップ（MJT-1030E）、選択的試料導入装置（SS-1010E）およびキャリヤーガス切換え装置（CGS-1050E）が必要です。　以下はこれらを用いた場合の操作方法です。　手動で行う場合にはかなりの専門的知識と経験が要します。

① Fig. 4.5 で MicroJet Cryo-Trap および Selective Sampler のチェックボックスにチェックマークを入れてください。

② Fig 4.5 の A で Air を選択して下さい。

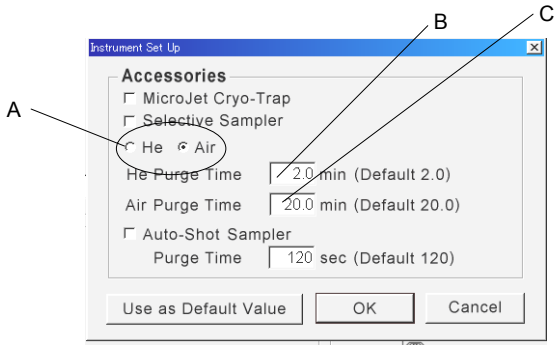


Fig. 4.5　雰囲気ガスに空気を用いる場合の
選択的試料導入装置の設定

③ Fig 4.5 B の“He Purge Time”は熱分解装置中のヘリウムガスが空気に十分に置換するまでの時間です。　通常は初期値の 2min を使用して下さい。

④ Fig 4.5 C の“Air Purge Time”は試料の空気雰囲気中における加熱が終了してから、カラムと検出器内の空気をヘリウムに完全に置換するまでの時間を意味します。　特に検出器に質量分析計を用いる場合には、質量分析計内の空気を排出してからフィラメントに通電する必要がありますので、“Air Purge Time”は初期値の 20min を使用して下さい。

4.2.2 インターフェース温度の設定

インターフェース温度の設定には、熱分解炉温度により自動制御する Auto モードと、常に設定された一定温度で制御する Manual モードがあります。 これは Fig. 4.3 中の E-6 で選択します。通常は Auto モードに設定して下さい。 Manual モードに設定した場合には常に Fig. 4.3 中 E-5 で設定した温度で制御されます。Auto モードを設定した場合には熱分解炉の温度よりも 100℃高い温度で制御されますが、E-5 で設定したインターフェース温度が上限温度となります。 例として E-6 を Auto モードとし E-5 を 300℃として、熱分解炉を 50℃から 500℃まで昇温した場合の熱分解炉温度とインターフェース温度の変化状態を Fig. 4.6 に示します。 インターフェースの初期温度は 150℃に自動設定され、昇温開始後は熱分解炉の温度よりも 100℃高い上限温度の 300℃まで昇温します。

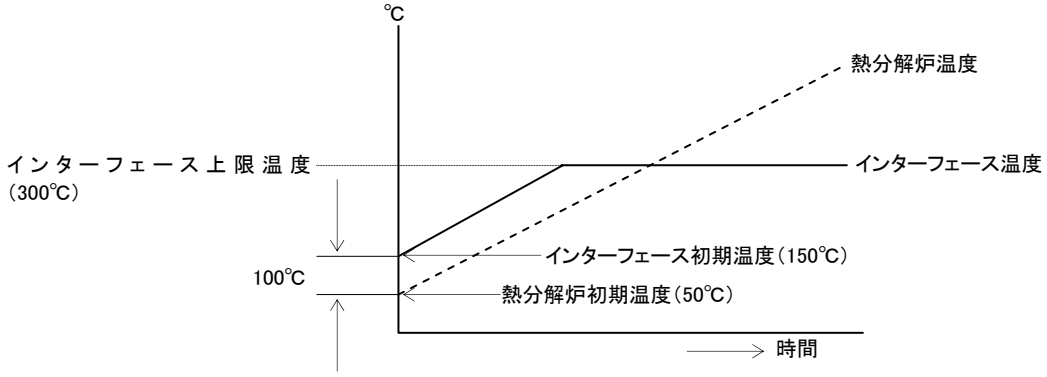


Fig. 4.6 インターフェース温度の自動制御モード

4.3 各分析モードにおける条件設定と操作例

PY-2020iD をご使用のお客様は 4.3.1～4.3.4 項を、PY-2020iS をご使用のお客様は 4.3.1 項を御参照下さい。

4.3.1 Single-Shot Analysis における設定と操作手順

メニューバーから Tools – Analytical Modes – Single-Shot Analysis を選択するか、ツールバーの Single-Shot Analysis のアイコン（A）をクリックして下さい。Fig. 4.7 の画面が表示されます。

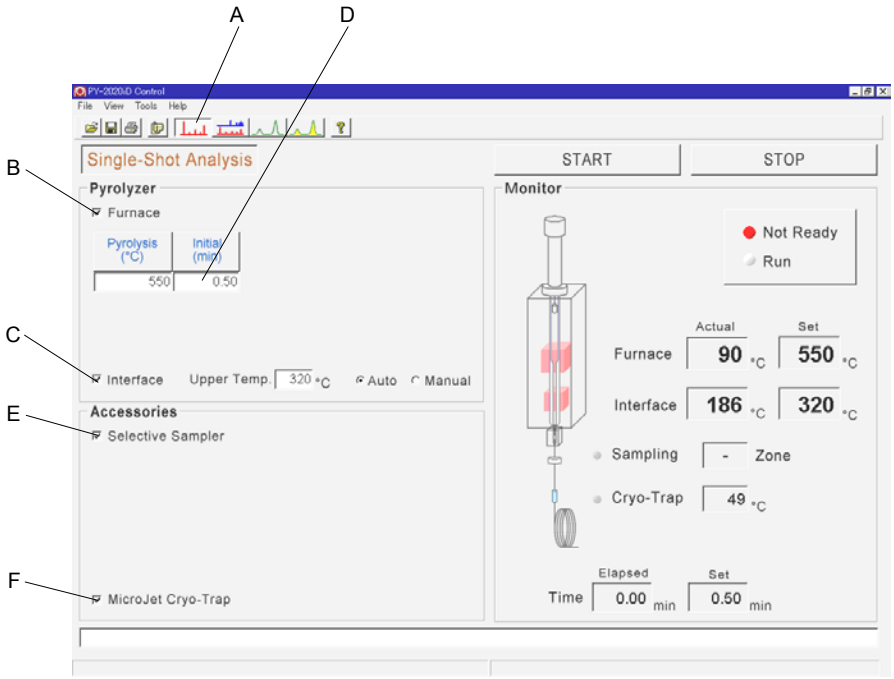


Fig. 4.7　Single-Shot Analysis の設定画面

① Furnace のチェックボックス（B）にチェックマークを入れ、熱分解炉のヒーターを ON にして下さい。

② C に熱分解炉の温度を入力し、温度を安定させてください。

③ D に任意の時間を入力して下さい。プログラムをスタートしてから D に入力した時間経過後に、選択的試料導入装置は Sampling OFF になり、マイクロジェット・クライオトラップは冷却を停止し、GC 分析開始の信号が出ます。（実際の熱分解時間は数十 mm 秒以内です。）

④ 選択的試料導入装置またはマイクロジェット・クライオトラップを自動制御する場合には E および F のチェックボックスにチェックマークを入れてください。

⑤ 試料をカップに入れて、熱分解装置に取りつけます。取り付けてから、取りつけ部の死空間をパージするために、約 2 分待ってから次に進みます。
《ダブルショットサンプラーをシングルショットモードで使用する時は、サンプラー頭部を持って押し下げ，シングルショットの固定位置で使用します。》

⑥ “START”ボタンを押します。

⑦ GC、熱分解炉、インターフェース、選択的試料導入装置、マイクロジェット・クライオトラップなどの準備が確認されると Fig. 4.8 のダイアログボックスが表示されますので、手動で熱分解装置の試料落下用ボタンを押して、試料カップを落下させた直後にダイアログボックス中の“START”ボタンをクリックするか PC キーボードの“ENTER”キーを押して下さい。

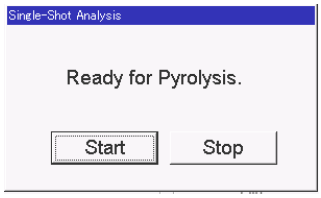


Fig. 4.8　Single-Shot Analysis のスタートダイアログボックス

4.3.2　Double-Shot Analysis における設定と操作手順

メニューバーから Tools – Analytical Modes – Double-Shot Analysis を選択するか、ツールバーの Double-Shot Analysis のアイコン（A）をクリックして下さい。Fig. 4.9 の画面が表示されます。

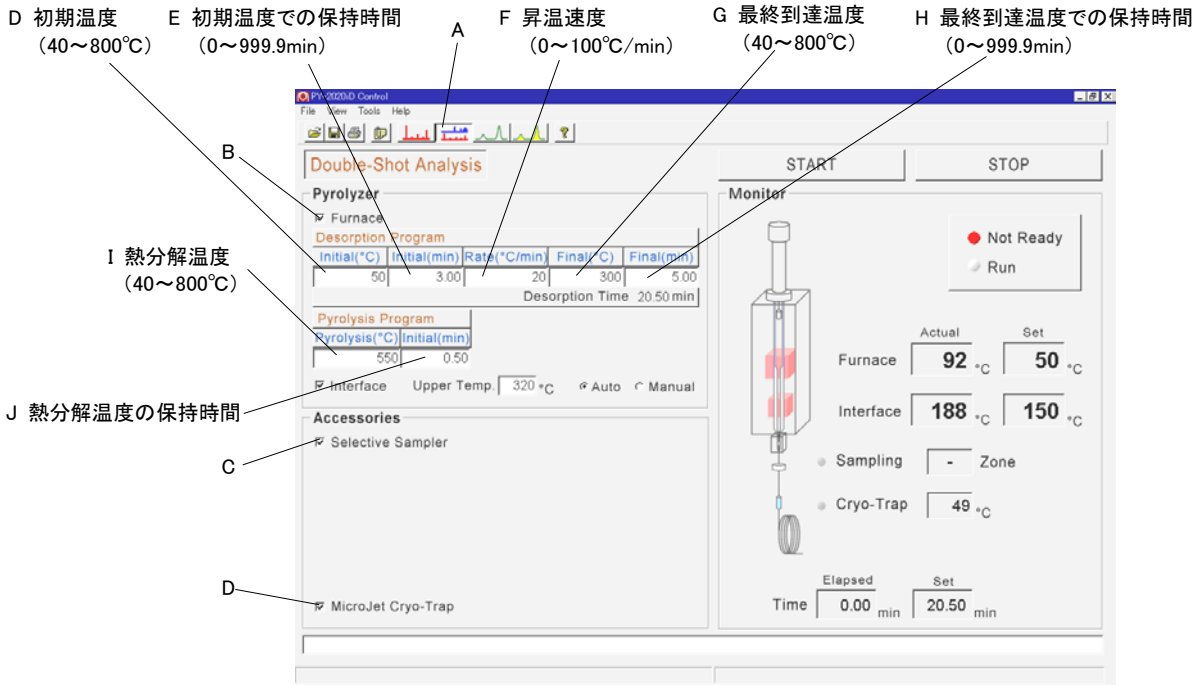


Fig. 4.9　Double-Shot Analysis の設定画面

① Furnace のチェックボックス（B）にチェックマークを入れ、熱分解炉のヒーターを ON にして下さい。

② 選択的試料導入装置およびマイクロジェット・クライオトラップを自動制御する場合には C および D にチェックマークを入れてください。

③ E～K に分析加熱条件を入力して下さい。

④ 試料をカップに入れて、熱分解装置に取りつけます。　《ダブルショット法（試料の熱脱着と熱分解の組合せ法）では、死空間のパージをするために、1-4 ページのサンプラーの側部空気パージナットを緩め、約 3 分後に再び閉じてください。　この間、キャリヤーガスが EPC 等で制御されている場合は、GC より警告音が発せられますが 5 分以内（Agilent6890, Shimadzu GC-17A の場合）であれば GC は停止しません。》

⑤ “START”ボタンを押して下さい。

⑥ GC、熱分解炉、インターフェース、選択的試料導入装置、マイクロジェット・クライオトラップなどの準備ができると Fig. 4.10 のダイアログボックスが表示されます。

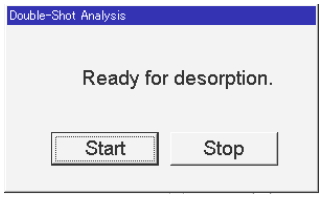


Fig. 4.10　Double-Shot Analysis の Desorption Program
スタートダイアログボックス

⑦ 熱分解装置上部のダブルショットサンプラーを手動で押し下げて、試料カップを熱分解炉に挿入して下さい。　その直後にダイアログボックス中の“START”ボタンをクリックするか PC キーボードの“ENTER”キーを押して下さい。《熱脱着の昇温プログラムが実行されます。》

⑧ 熱脱着昇温プログラムが終了すると Fig. 4.11 のダイアログボックスが表示されます。ダブルショットサンプラーの移動部を引上げて、試料カップを上部に位置させます。カラム入口圧が安定してから、“YES”ボタンを押して下さい。《GC がスタートし、同時に Fig 4.9 の I に設定した温度まで熱分解炉の温度が上昇します。》

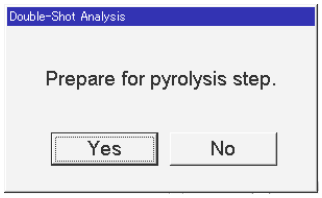


Fig. 4.11　Double-Shot Analysis の Desorption Program
終了ダイアログボックス

⑨ 熱脱着成分の分析が行われ、分析終了後 GC の恒温槽は初期温度まで冷却されます。

⑩ GC の恒温槽が初期温度まで冷却され、GC が“Ready”状態になると Fig. 4.12 に示すダイアログボックスが表示されます。 手動で熱分解装置の試料落下用ボタンを押して、試料カップを落下させた直後にダイアログボックス中の“START”ボタンをクリックするか PC キーボードの“ENTER”キーを押して下さい。《GC がスタートします。》

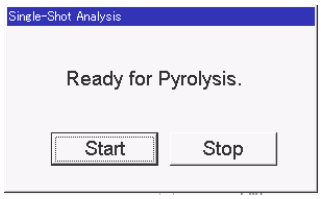


Fig. 4.12　Double-Shot Analysis の熱分解
スタートダイアログボックス

以上で一連の操作は終了です。一連の操作の模式図を Fig. 4.13 に示します。

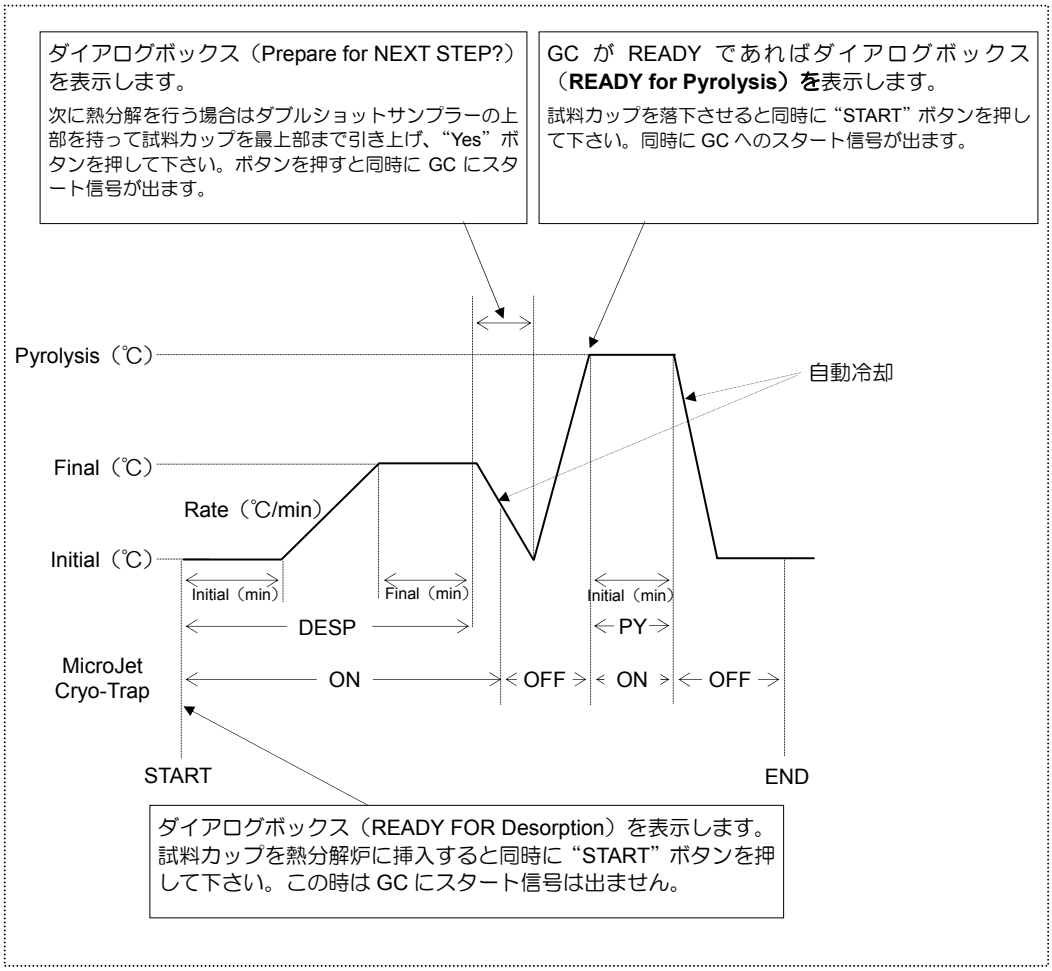


Fig. 4.13　Double-Shot Analysis のプログラム実行模式図

4.3.3　Direct EGA Analysis における設定と操作手順

この分析モードは発生ガス分析や通常の多段昇温加熱分析に用います。　次項の“Heart-Cut EGA Analysis”を行う場合は Direct EGA Analysis で予め試料の発生ガス曲線を測定する必要があります。　得られた分析結果から、任意の温度区間を選択的試料導入装置（オプション）を用いて自動的に分画して GC 分析することが可能です。　本分析には、分離カラムの代わりに、発生ガス分析用キャピラリーチューブ（部品番号：UADTM-2.5N）で注入口と検出器間を接続します。また、GC オーブン温度は一定温度（250～300℃）に設定してください。

① メニューバーから Tools – Analytical Modes – Direct EGA Analysis を選択するか、ツールバーの Direct EGA Analysis のアイコン（A）をクリックして下さい。　Fig. 4.14 の画面が表示されます。

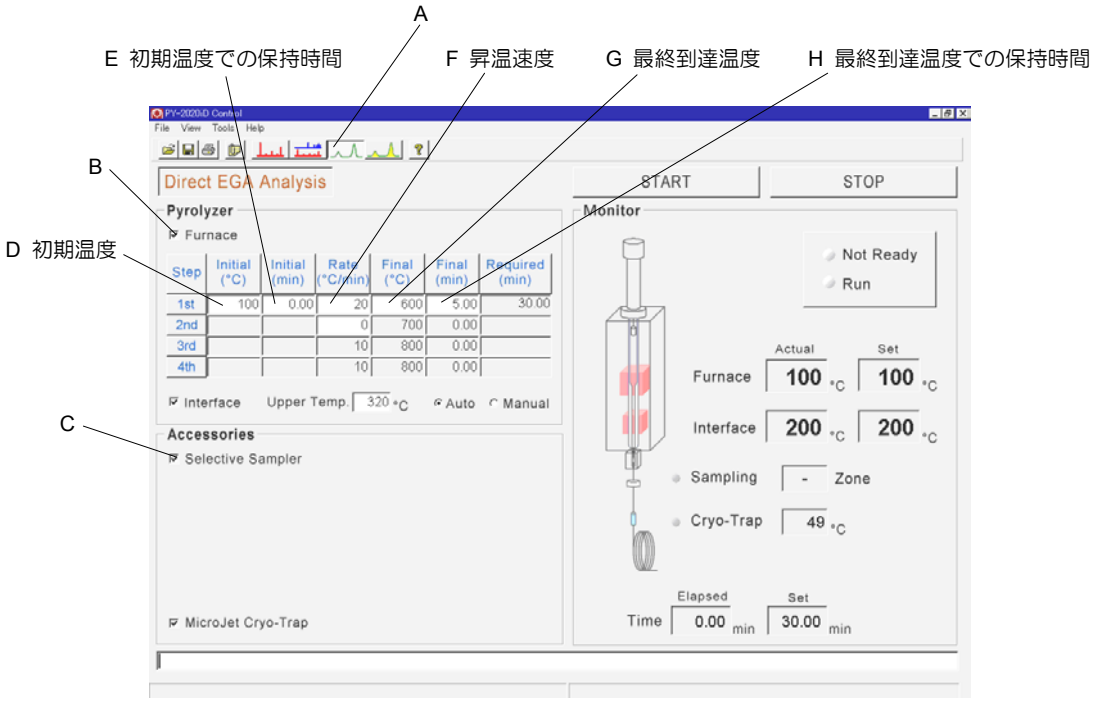


Fig. 4.14　Direct EGA Analysis の設定画面

② Furnace のチェックボックス（B）にチェックマークを入れ、熱分解炉のヒーターを ON にして下さい。

③ 選択的試料導入装置を自動制御する場合には C にチェックマークを入れてください。

④ Step1 の昇温プログラムを D～H に入力して下さい。

⑤ Step2 の昇温プログラムを入力して下さい。 Step2 以降の Rate（℃/min）に“0”を入力すると、その後のプログラムは実行されません。 Step4 までの昇温プログラムを使用する場合の概念図を Fig. 4.15 に示します。Direct EGA Analysis では Step1 のみで一段昇温を行うのが一般的です。

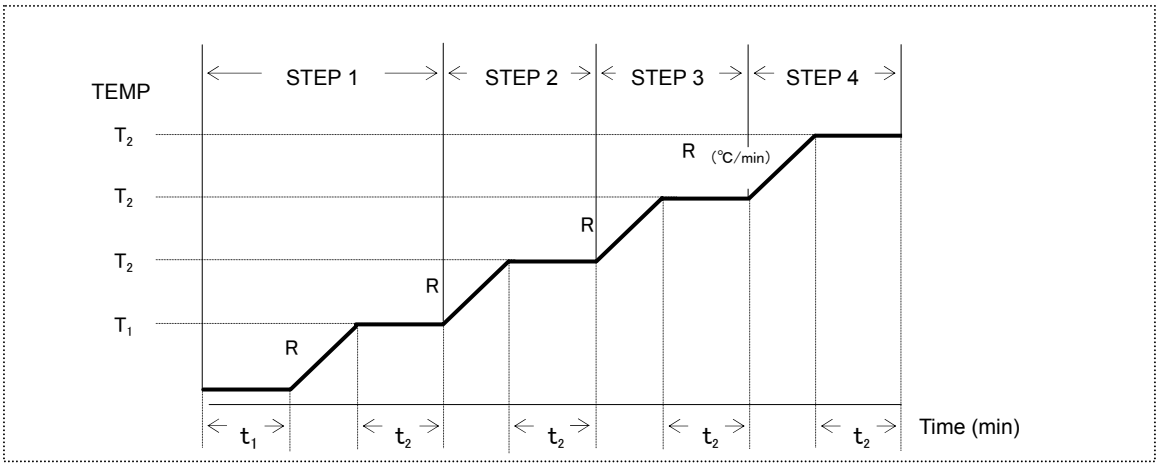


Fig. 4.15 EGA 多段昇温プログラムの概念図

⑥ 試料をカップに入れて、熱分解装置に取りつけます。 取り付けてから、取りつけ部の死空間をパージするために、約 2 分待ってから次に進みます。

⑦ “START”ボタンを押して下さい。

⑧ GC、熱分解炉、インターフェース、選択的試料導入装置などの準備ができると Fig. 4.16 のダイアログボックスが表示されますので、試料カップを熱分解炉に落下させると同時にダイアログボックス中の“START”ボタンをクリックするか PC キーボードの“ENTER”キーを押して下さい。

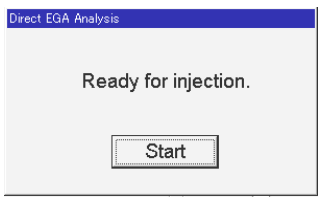


Fig. 4.16 Direct EGA Analysis のスタートダイアログボックス

4.3.4　Heart-Cut EGA Analysis における設定と操作手順

このモードで分析を行うためには、選択的試料導入装置（オプション）が必要です。　また、発生ガス中の C_{15} 以下の低沸点成分も分析したい場合には、冷却トラップが必要となりますので弊社の MicroJet Cryo-Trap 装置をご使用されることをお勧めします。

Heart-Cut EGA Analysis では Direct EGA Analysis によって得た発生ガス曲線（EGA 曲線）をもとにして、サンプリングする各ゾーンの範囲（溶出時間）とサンプリングの可否を決定し、選択的試料導入装置を用いてそれらを GC カラムに自動的に導入して分析します。　分析例としてセラミック複合材料を 100→600℃(20℃/min)の加熱条件で得た EGA 曲線を Fig. 4.17 に示します。

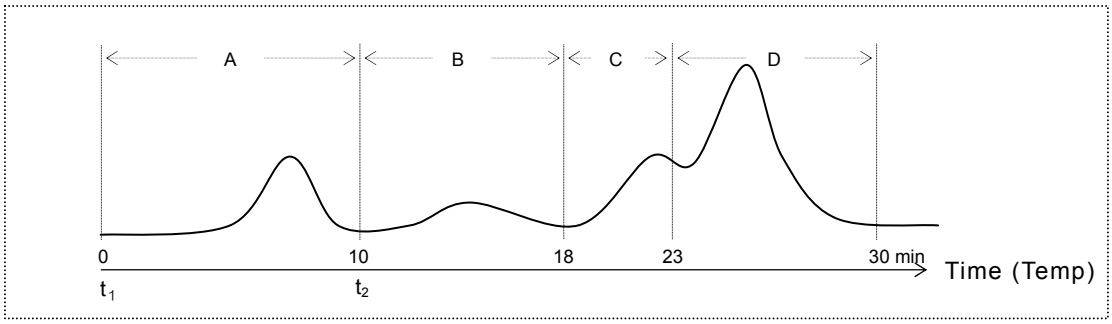


Fig. 4.17　セラミック複合材の EGA 曲線

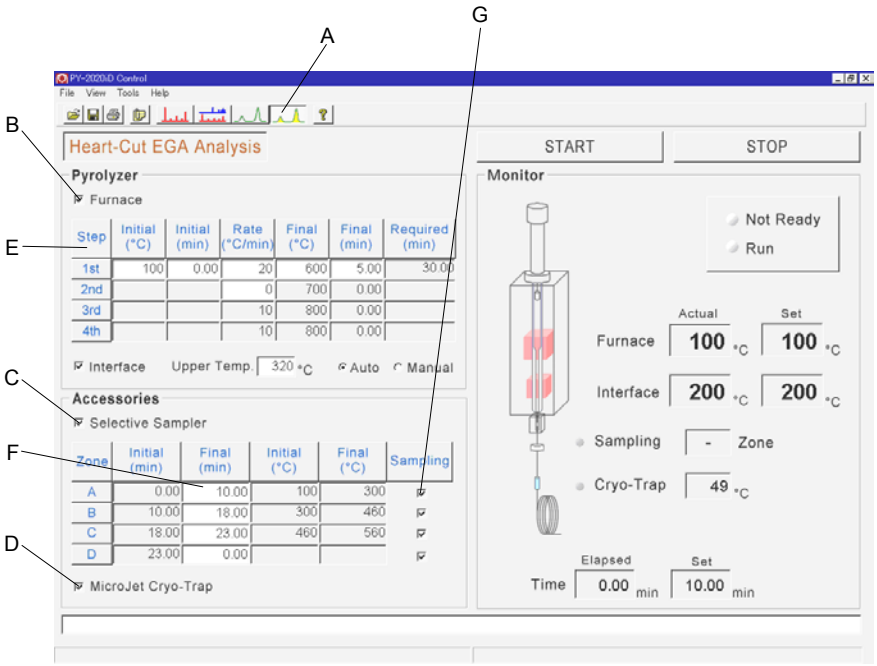


Fig. 4.18　Heart-Cut EGA Analysis の設定画面

① メニューバーから Tools – Analytical Modes – Heart-Cut EGA Analysis を選択するか、ツールバーの Heart-Cut EGA Analysis のアイコン（A）をクリックして下さい。 Fig. 4.18 の画面が表示されます。

② Furnace のチェックボックス（B）にチェックマークを入れ、熱分解炉のヒーターを ON にして下さい。

③ 選択的試料導入装置およびマイクロジェット・クライオトラップを自動制御する場合には C および D にチェックマークを入れてください。

④ 昇温プログラムを E のテーブルに入力して下さい。入力方法は Direct EGA Analysis と同じです。

⑤ Fig. 4.17 の EGA 曲線から各 Zone の終了時間を決め、F に入力して下さい。 （MS を検出器として各イオンを用いるマスクロマトグラムを使用すれば、目的成分の溶出温度がより明確になります。） 《各 Zone の Initial（min）には前の Zone の Final（min）が自動的に入力されます。Zone A の Initial は 0.0min（固定）から開始します。 Initial（℃）および Final（℃）は自動計算され表示されます。》

⑥ A Zone をサンプリングする場合には G のチェックボックスにチェックマークを入れてください。

⑦ B～D Zone のサンプリングは、A Zone と同様に右側のチェックボックスにチェックマークを入れてください。

⑧ 試料をカップに入れて、熱分解装置に取りつけます。取り付けてから、取りつけ部の死空間をパージするために、約 2 分待ってから次に進みます。

⑨ “START”ボタンを押して下さい。

⑩ GC、熱分解炉、インターフェース、選択的試料導入装置、マイクロジェット・クライオトラップなどの準備ができると Fig. 4.19 のダイアログボックスが表示されますので、熱分解装置上部のダブルショットサンプラーを手動で押し下げて、試料カップを熱分解炉に挿入して下さい。 その直後にダイアログボックス中の“START”ボタンをクリックするか PC キーボードの“ENTER”キーを押して下さい。

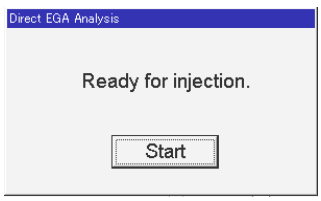


Fig. 4.19 Heart-Cut EGA Analysis のスタートダイアログボックス

4.4　その他の機能について

4.4.1　設定条件の保存と呼び出し

設定条件にファイル名をつけて保存することが出来ます。　設定が終わりましたらメニューバーから [File] – [Save As] を選択し，ファイル名指定して保存して下さい。　現在呼び出しているファイルに上書き保存する場合はメニューバーから File – Save を選択して下さい。

4.4.2　熱分解炉の温度補正と各種バルブの動作確認

[Tools] – [Maintenance]を選択して下さい。　Fig. 4.20 が表示されますのでパスワードとして“2020”を入力し [OK] を押して下さい。　Fig. 4.21 が表示されます。

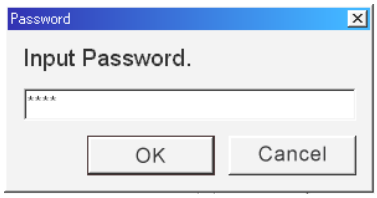


Fig. 4.20　パスワードの入力画面

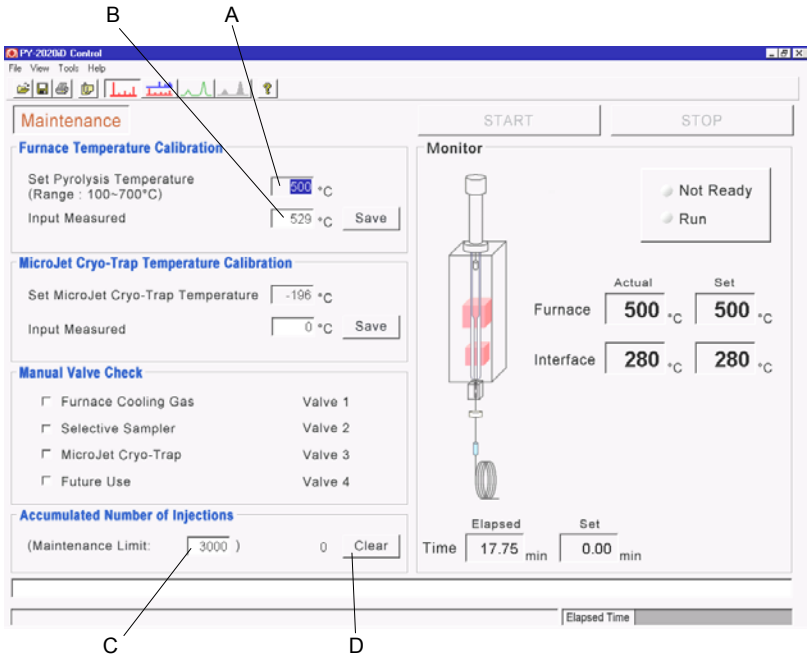


Fig. 4.21　熱分解炉の温度補正と各種バルブの動作確認の画面

4.4.2.1　熱分解炉の温度補正

熱分解炉の温度を各種の温度計で実測して、その温度を入力することにより温度補正をすることができます。　熱分解炉の温度は分析結果に大きく影響する項目ですので、十分に熟知してから操作を行ってください。

① 熱分解炉の温度が設定温度で安定していることを確認して下さい。設定温度は A に表示されますがこの温度は Single-Shot Analysis で設定した熱分解炉の温度が自動的に入力されます。　また、温度補正は 100～700℃の範囲で行ってください。

② B に各種の温度計で測った実測温度を入力します。

③ [Save]を押して、温度補正を終了します。

④ この操作により温度が正しく補正され、表示温度と実測温度が一致していることを確認して下さい。　一致していない場合には、上記の①～③の操作を繰り返してください。

4.4.2.2　各種バルブの手動動作確認

本制御装置で制御しているバルブ　（PY 用冷却空気、選択的試料導入装置、マイクロジェット・クライオトラップ等の電磁弁）　を手動で ON / OFF することにより、バルブの各種動作確認が行えます。　この画面を閉じると各バルブは通常動作となります。

4.4.2.3　連続使用回数の上限の設定

Fig. 4.21 の C に連続して分析を行う際の上限回数を設定して下さい。 ここで設定した回数以上の測定が行われると装置のメインテナンスを促すメッセージが表示されますのでメインテナンスを行って下さい。 メインテナンス後に D のクリアーキーを押して下さい。初期値は 3000 回に設定されています。

4.4.3　設定条件の印刷

現在呼び出しているファイルの設定条件を印刷することが出来ます。　メニューバーから [File] – [Print] を選択して下さい。印刷例を Fig. 4.22 に示します。

Analytical Method Information

Method File Name : Default.py
Created : 7, Apr, 1999 17:35:25
Modified : 24, Sep, 1999 10:15:04

Heater Control
Furnace : ON
Interface : ON
Interface Auto Control : ON
Interface Temperature (°C) : 320

Accessories
MicroJet Cryo-Trap : ON
Selective Sampler : ON

Accessories Auto Control
MicroJet Cryo-Trap : ON
Selective Sampler : ON

Monitoring Display Interval (sec) : 1

Keyboard Lock : ON

Single Shot Analysis
Pyrolysis Temperature (°C) : 600
Initial Time (min) : 0.20

Double Shot Analysis
Desorption Program
Initial Temperature (°C) : 40
Initial Time (min) : 0.50
Rate (°C/min) : 20
Final Temperature (°C) : 250
Final Time (min) : 2.00

Pyrolysis Program
Pyrolysis Temperature (°C) : 600
Initial Time (min) : 0.20

Direct EGA Analysis
1st
Initial Temperature (°C) : 40
Initial Time (min) : 1.00
Rate (°C/min) : 10
Final Temperature (°C) : 250
Final Time (min) : 2.00
2nd
Rate (°C/min) : 20
Final Temperature (°C) : 600
Final Time (min) : 2.00
3rd
Rate (°C/min) : 0.00
Final Temperature (°C) : -
Final Time (min) : -
4th
Rate (°C/min) : -
Final Temperature (°C) : -
Final Time (min) : -

Heart Cut EGA GC Analysis
Zone A (min, °C) : 0.00-3.00, 40-40
Zone B (min, °C) : 3.00-11.00, 40-260
Zone C (min, °C) : 11.00-18.00, 260-280
Zone D (min, °C) : 18.00-55.50, 280-700

Method Information : This Method is Default.

Date:_____
Sign: _____

Fig. 4.22　設定条件の印刷例

4.4.4　通信速度の設定および通信ポートの設定

通信速度の設定は現在使用中の PC と熱分解装置の温度コントローラーの通信に問題が生じた時に解決するためのものです。　PC と温度制御器の通信速度を変更するには [Tools] – [Options] を選択して下さい。　Fig. 4.23 が表示されますので A で任意の時間を選択し [OK] を押して下さい。　通常は初期値の 2sec を選択して下さい。

また、B には温度コントローラーとの通信に使用しているポートが表示され、C にはオートショットサンプラーとの通信に使用されているポートが表示されます。

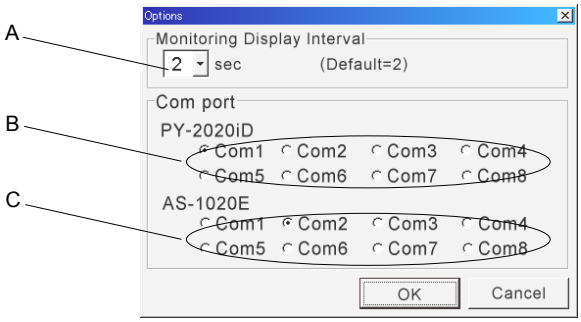


Fig. 4.23　通信速度の設定画面

4.4.5　Py Conditioning Table による熱分解炉温度のタイマー設定

[Tools] – [Py Conditioning Table] を選択して下さい。 Fig. 4.24 が表示されます。 日時とその時間に設定したい熱分解炉の温度およびインターフェースの温度を設定し、[Run] ボタンを押して下さい。 Fig. 4.24 では、2003 年 6 月 1 日の 6 時に熱分解炉の温度が 700℃、インターフェース温度が 320℃になり、その後同日の 7 時に熱分解炉温度が 40℃、インターフェース温度が 140℃になります。

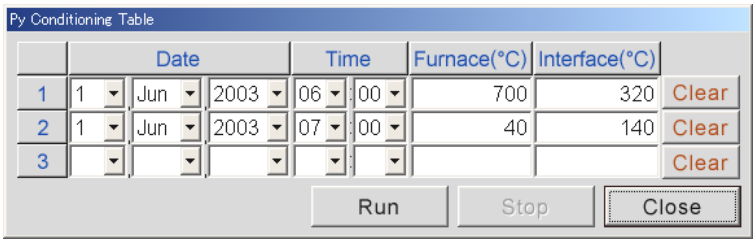


Fig. 4.24　Py Conditioning Table の設定

第５章　メインテナンス

熱分解ＧＣシステムはＧＣ単独とは大きく異なり､各部が複雑に絡み合い総合的なシステムを形成しております｡従いまして装置の状態によりデータの良否が左右されますので据え付け後はユーザーによる日常のメインテナンス及び定期的なメインテナンスが非常に重要となります。

5.1 日常のメインテナンス

日常の使用状態で必要なメインテナンスは，主に試料カップと石英熱分解管ならびにインターフェースニードルの汚染が対象になります｡ＧＣにつきましては各社ＧＣの取扱い説明書を参照して下さい。

5.1.1　熱分解加熱炉部

①　試料カップ

本製品に付属するディスポーザブル　エコカップは使い捨てをお勧めします。それにより、前試料のコンタミを無視することができます。また、再利用する時は前の残存試料の汚染が懸念されますので、固体はピンセットで取り出し、その後溶媒をつけた綿棒で、カップ内面を正常化し、更に溶媒に浸漬して、軽く攪拌するようにして洗浄してください。洗浄後はよく乾燥させてから使用します。

②　石英熱分解管

これは使用状態にもよりますが､次第に汚染してきます。 特に試料量が多い場合には、熱分解時に生じた高沸点成分が石英熱分解管の上部（Fig. 5.1.のＡ部）に付着します。これは熱分解炉の温度を室温まで下げてから、試料取付け部から右図のようにして溶媒に浸けた綿棒でこすって除去します。完全に除去するためには石英熱分解管を取外し洗浄します[注１)]。焼き付きの汚れは、まず最初に物理的に取りのぞき、片側から吹くなどして空気を流通させながらバーナーで赤熱します。それでも汚れが取れない場合は、0.1Ｎ硝酸をつけた綿棒でこすってください。塩酸は内表面を激しく侵し、熱分解生成物中の化合物を吸着するため、使用しないでください。

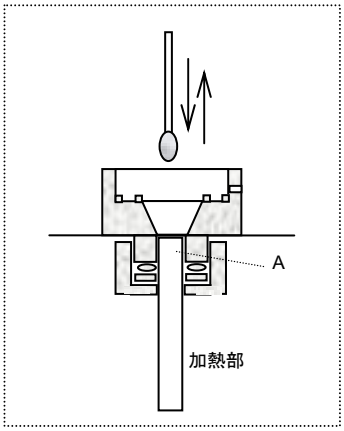


Fig. 5.1 汚染と清浄法

③　インターフェースニードル

この汚れの多くは、タール成分およびそれらの焼き付きです。溶媒に浸漬して超音波洗浄後取り付けますが、内部の状態は肉眼では見えませんので、改善が見られない場合は新品と交換します。日常の分析におきましてインターフェース部　(ITF TEMP)の温度は 250 から 320℃をお勧めいたします。

注１）石英熱分解管の取外しの時に、インターフェースユニオンと石英熱分解管にベスペルフェラルが密着して、これらが外れない時があります。この時は、ベスペルフェラルをバーナーで加熱して、取外して下さい。このベスペルフェラルは再使用できません。

5.1.2　GC 注入口部

① セプタム

インターフェース部のカバーは、ほぼ完全に注入口セプタムキャップを覆っております。そのためセプタムの温度は通常のＧＣ分析状態より 50℃以上高くなっています。この加熱によりセプタム（シリコーンゴム）は熱劣化してきます。良質のセプタムは当社の経験によりますとインターフェース部／注入口部温度：300℃、約１ケ月の連続使用では問題はありません。セプタムは次回の交換を容易にするために、表面処理済セプム（第 8 章参照）のご使用をお勧めいたします。

② インサート

熱分解成分の高沸点成分は、熱分解装置を経てＧＣ注入口に入りますが、注入口温度が低い場合は注入口に入っているインターフェースニードル部とガラスインサートに留まり汚染します。汚染した場合はそのままの状態で注入口温度を 350℃に設定し、カラムを外して 2～3 時間キャリヤーガスを流したまま空焼きしてください。日常ご使用の場合は 1～2 週間毎を目安に、インサート内部の汚れの点検をお勧めします。

③ カラム

カラムの劣化は主に使用状態（分析条件）、熱分解主成成分（タール分によるカラム入口部分、あるいは全体にわたる汚染と熱分解に伴う反応性ガス、塩酸ガスなど）により劣化します。タール分は、その多くが昇温分析による高温での焼き付きによりカラム内部に強固に付着し、一般にはカラムの溶媒洗浄では除去不可能です。また HCl , HBr などによる劣化の場合は、性能復帰は困難です。これらのガス発生が考えられる場合は、注入口ガラスインサートに水酸化カリウム等を塗布したガラスウールや充填剤を入れて、酸性ガスをカラムに入れないようにしてください。

5.2 定期メインテナンス

日常のメインテナンス以外に、3 ないし 4 ヶ月に一度定期点検を実施することをお勧めいたします。これはトラブルを未然に防止するため行なうものです

5.2.1　熱分解加熱炉部

①　冷却ファン

温度コントローラーの電源を入れると同時に、冷却ファンが速やかに回り始めるかどうかを点検します。速やかに回らないようでしたらファンを交換する必要があります。冷却ファンは、試料の待機位置を室温近くに保つために重要な働きをしております。

②．液体試料サンプラー

セプタム（P/N:PY1-2025）を交換します。日常使用しない場合は特にメインテナンスを必要としませんが、予期しないトラブルを避けるため、定期的にセプタムを交換することをお勧めします。

③　ダブルショット・サンプラー

a）スライドする部分がスムースに動くことを確認します。硬かったり、引っ掛かりがある場合は、2,3 度上下するか、分解して洗浄します。ご希望の場合は弊社で分解洗浄を致します（有料）。

b）ダブルショット・サンプラーの空気パージナット部に使用されているオーリングを点検します。このオーリングが不良の場合、ガス漏れの原因となります。

c）サンプラーの取り付け面は鏡面仕上げとなっています。この部分に深い傷や汚れがある場合、ガス漏れの原因となります。未使用時にはこの面を傷をつけないようにサンプラーをアルミホイル等で包んで保管してください。

d）試料カップを保持するチャックは消耗部品です。試料カップのスティックを確実に保持することができるか、また、レリースボタンを押した際は、確実に試料カップが落下することを確認します。異常がある場合は、弊社での修理が必要です。

④ サンプラー取付け架台（試料サンプラー取り付け部、1-4 ページ参照）

サンプラーを取り付ける部分にオーリング（P/N:PY1-7812）が取り付けられていますが、この部分が汚れているとガス漏れの原因となります。綿棒にメタノールを浸してオーリングを拭いてください。　他の溶媒（アセトン、塩化メチレン等）の使用は避けてください。

5.2.2 GC 部

① 注入口

注入口スプリット出口パイプは、長期間のご使用状態によりつまりが十分に考えられます。これは主にタール成分ですので、パイプを系から外した後、溶媒を通して洗浄してください。洗浄後はガスを流した状態でバーナーによる加熱が有効です。３～４ケ月毎の定期点検が必要な場所です。

② 吸着トラップ（装着されている場合）

Split/Splitless 注入口のスプリットガス出口に取付けられている、トラップ管中のアクリルウールにタール系の色がついてきたら、活性炭入りのトラップ管（P/N　PY1-2216）を交換するか、新しい活性炭（60/80 メッシュ）とアクリルウールを軽く充填して下さい。ガラスウールはその細かい切片が、バルブ等の機能を損なう原因になる恐れがあるため避けてください。

5.2.3　温度制御器部

① 熱分解装置のヒーター電源、温度センサーとコントローラー部のコネクターの接触不良が無いことを確認してください。

② 電源アースが取られているかを確認してください。

5.2.4　長期間使用しない場合

長期間使用せず、熱分解加熱炉部をＧＣからはずして保管する場合は、ナイロン袋などで全体を包み保管してください。これはカートリッジヒーターの絶縁性を湿度から保護するために必要です。

第６章　トラブルシューティング

この章では、考えられるトラブルの症状ならびにそれらに対する対策について説明してあります。対策をしても問題が解決しない場合や、ここに述べられていない現象や故障が発生した場合は、恐れ入りますが、弊社代理店または、弊社宛てにご連絡をお願い致します。

6.1　熱分解加熱炉部

現　　象	原　　因	対策
ピークが出ない	ガス漏れ	6.3 参照 GC 注入口、検出器とカラムの接続部をチェックする
	GC 検出器から信号が出ていない	GC の取扱い説明書を参照
ピーク幅が太い	カラムの劣化	交換
	異常拡散	スプリットベント流量を増す
	熱分解温度が低い	熱分解温度を高くする
テーリングする	カラムの劣化	交換
	異常拡散	スプリットベント流量を増す
	熱分解温度が低い	熱分解温度を高くする（３次元架橋している試料はこの傾向が多い） （例 550→650 ℃へ上昇させる）
高沸点成分が出ない 高沸点成分が少ない 高沸点成分がブロード	インターフェース部や注入口の温度が低い	温度を高くする 例　200℃→350 ℃ （注入口セプタムは各 GC により耐熱性が異なりますが、350℃以上へは特別の場合を除き上げないでください）
	MS 使用時、トランスファーラインの温度が低い	温度を高くする
昇温分析中に高温で常にピーク（ゴースト）が出る	前回までの熱分解成分がカラムから溶出してない	選択的試料導入装置を使用して、カラムに入れる高沸点物を制限する 耐熱性のすぐれたカラムを使用し、終了毎にカラム空焼き工程をいれる
	セプタムの切れ端がインサートに入っている	インサートをきれいにする
	熱分解管の汚染	5.1.1 の②を参照
石英熱分解管がニードルユニオンと外れない	高温加熱により密着したため	バーナーで、より高温にして、外します （ベスペルフェラルは、再使用できません）

現　　象	原　　因	対策
極性ピークが出ない	カラムの劣化	交換あるいは据え付け時に使用した Ultra ALLOY カラム（UA5）で再チェックして、システムの活性度をみる
	インターフェースニードルのタール成分への吸着	洗浄あるいは交換 温度を高くして使用する
	石英熱分解管の活性	無機物の蓄積によるため、洗浄あるいは交換する
パイログラムの再現性が悪い	ガス漏れ	6.3 参照
	熱分解温度が不適	最適条件に設定する （試料により再現性に劣るものがありますが、これは据え付けチェック時のポリスチレンとカラムでチェックできます　）
温度があがらない （FUNCTION-1 の画面で、Error メッセージが出ている）	温度の設定が OFF になっている	ＯＮにする
	ブレーカーが切れている	コントローラー背面の NFB の突起部を押し込む
	ヒーターの断線	要修理
	温度制御器の故障	要修理
自動冷却しない	冷却用空気が供給されていない	空気の元栓、圧力を確認する
	コントローラ裏部の電磁が働かない	要修理
セプタム交換時にゴムがきれいに除けない	加熱によるため	交換を容易にするため、焼き付き防止のための表面処理済セプタムを使用する（第 8 章参照）
昇温分析で最終温度でのベースラインの位置が高くなった（バックグランドが高い）	空気によるカラム液相の酸化	Ultra ALLOY カラムの場合はカラムをはずしメタノール 1 ml で洗浄乾燥後、昇温加熱（60℃(5min)～10℃/min～400℃(60min)する。　その他のカラムは購入先に相談する
一つのピークがいくつにも割れる。 あるいは異状ピークとなる。 特に炭素数で 20 程度が著しい	高温の熱分解炉からの試料温度が高すぎるため、カラム入口で均一なトラップがされていない	熱交換用の充てん剤として、5%程度のシリコーンガムを塗布した充てん剤を充てんする。使用前には、十分な空焼きをする

6.2　温度制御器部

現　　象	原　　因	対　　策
加熱しない	設定が OFF である	設定をＯＮにする
	ブレーカーが切れている	コントローラー背面の NFB の突起部を押し込む。（直らない場合はご連絡下さい
ピーと音がする	センサーケーブルが接続されていない。　またはコネクターの接触不良	PY 加熱炉部からの接続ケーブルがコントローラー背面の POWER、SENSOR のコネクターに正しく接続されているかの確認
	センサーが切れている	要修理
本体の冷却ファンが回らない	異物がファンに挟まっている	ガスの配管その他の異物がファンに接触若しくは挟まっていないか確認
	ファンの不良	要修理
	ファン用電源が供給されていない	ファンの電源ケーブルが､接続されているか確認する。　接続されていない場合は接続する　回らない場合は修理ください）
異常な温度を示す	センサーの接触不良	PY 加熱炉部からのセンサーケーブルのコネクターが正しく接続されているか確認
	温度校正を誤った	再度校正
	センサー回路の故障	要修理
低い温度(例:100℃)での制御が悪い	ITF TEMP が高すぎる	ITF　TEMP　を　Auto　モードにする。ITF TEMP　を下げる。(加熱炉とインターフェイス部の距離が近いため)
動作中にエラーメッセージが表示され､STOP を押しても復帰しない。	――――	エラー箇所を回復する｡エラー表示画面操作のパネルキーを再び押す。
動作中に表示画面が意味不明の文字が表示される	動作が重なったため	現在操作中のキー（ITF 等）を押して復帰させる

6.3　トラブルシューティングの代表例

弊社パイロライザー使用時において発生するトラブルの原因は、主にガス漏れやインターフェースニードルの詰まりに起因します。そして、それらはよく、以下のような現象として現れます。

- **パイログラムの再現性が悪い。**
- **カラム入口圧力が上がらない。**
  《キャリヤーガスの総流量の設定が少な過ぎる場合がありますので総流量を 50ml/min 以上に設定してご確認ください。》
- **キャリヤーガスの定流量制御下で昇温分析をすると、ある温度以上になると圧力が追従できなくなる。**
  《キャリヤーガスの供給圧力が低い場合がありますので、適正圧力を各社 GC のマニュアルで確認して設定してください。》

以下にガス漏れに対する、トラブルシューティングの手順を説明してあります。上記の現象が見られる場合は、以下の手順にてトラブルシューティグを行うことをお勧め致します。

① キャリヤーガス総流量（注入口に供給されるガスの総流量）を 50 ml/min、カラム圧力を 40～60kPa（内径 0.25mm、長さ 30m のカラムで MS に接続している場合、FID を使用の場合は 100～150kPa）に設定します。

② パイロライザーを GC 注入口から取り外し、キャリヤーガスを注入口に接続します（GC のみで使用する接続とする）。カラムをつけた状態でカラム入口圧力が設定値まで上昇することを確かめます。

カラム圧力が設定値まで上昇しない場合は、以下の原因が考えられます。

- カラム取り付け用フェラル（グラファイト又はグラファイトベスペル）、あるいはインサート（ライナー）のシール（グラファイトまたはバイトンオーリングなど）不良⇒増し締め又は交換
- カラム取り付け部に弊社 SS-1010E 用 SS アダプターが装着されている場合は、アダプターシールの緩み又は不良⇒アダプター部の増し締め又はパッキンの交換（SS-1010E の取り扱い説明書 3-2 参照）
- セプタム劣化による漏れ（パイロライザーのインターフェースや注入口の温度を下げた場合には、インターフェースニードルを刺したセプタム部分でガス漏れが生じることがある）⇒セプタムナットの増し締め又はセプタム交換
- 吸着トラップ接続部（装着されている場合）での漏れ⇒接続部の増し締め又はフェラル、オーリングの交換

③ パイロライザーに液体試料サンプラーを取り付け、キャリヤーガスの配管をパイロライザーに接続します。

a) GC 注入口へのキャリヤーガス入口パイプの盲栓（弊社キャリヤーガス切換え装置 CGS-1050E またはその他キャリヤーガスの切換えバルブが取りつけられている場合は、この盲栓はありません）に緩みが無いことを確認します。

b) パイロライザーを GC に取り付けない状態で、キャリヤーガスを流したままインターフェースニードルの先にセプタムを突き刺して、30 秒待ち、パイロライザー内のガス圧力を高くします（Fig6.1 a）。そして、ニードル先端のセプタムをはずすとプシューッという音がすることを確かめます。音がする状態であれば、GC に取り付けた場合、カラム圧力は上がるはずです。プシューッという音が聞こえない場合は以下の部分でのガス漏れが考えられます。《より確実なガス漏れの検出方法はインターフェースニードルにセプタムを刺し、熱分解炉内部を加圧した状態でリークディテクターなどでこれらの箇所をチェックします。》

- 石英熱分解管を上部でとめているオーリング（Fig6.1 b）の緩み又は劣化　⇒　増し締め（正常であれば指で締めるだけで十分に漏れはとまる）又はオーリングの交換（P/N：PY1-2012）《この部分には金属ワッシャーも使用されています。オーリングのねじれを防止するため必ずご使用ください》
- インターフェースユニオン部のグラファイトベスペルフェラル又はグラファイトフェラルの緩み（Fig6.1 c）⇒　増し締め（過度の増し締めは石英熱分解管を破損することがありますのでゆっくり締めつけてください）またはフェラルの交換（P/N：PY1-7911 グラファイトベスペル、PY1-7921　グラファイト）
- インターフェースニードルの金属フェラル（Fig6.1 c）の緩み又は不良　⇒　増し締め又はインターフェースニードルの交換（ニードルと金属フェラルはニードルに固定されています。ニードルセット P/N：PY1-1174）
- 液体試料サンプラー（Fig6.1 d）の緩み、オーリングの劣化又は異物の挟み込み　⇒　増し締め（正常であれば指で締めるだけで十分に漏れはとまる）、オーリング部及び試料サンプラーの鏡面部をメタノールを浸した綿棒等でクリーニング、又はオーリングの交換（オーリング P-11.2　P/N：PY1-7812）

上記部分に異常が認められない場合は、石英熱分解管の破損によるガス漏れの可能性があります。
⇒　取り外して点検し、破損の場合は交換してください。（石英熱分解管 P/N：PY1-2018）

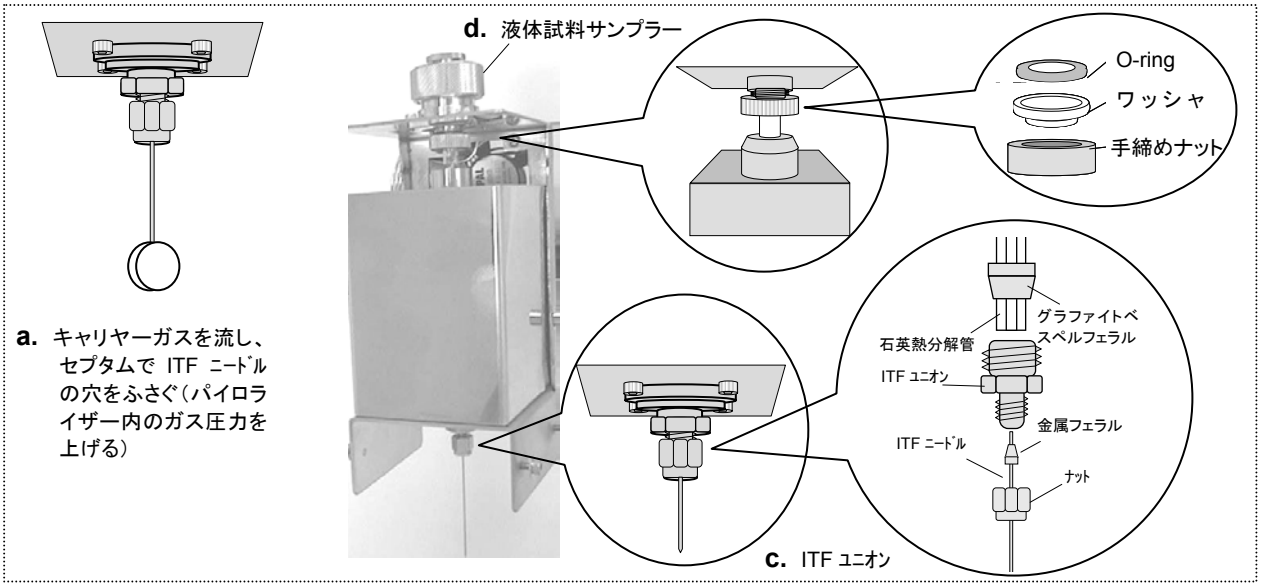


Fig. 6.1　ガス漏れチェック

④ **次に GC に取り付けてカラム圧力が上昇することを確認します。**

ここまでの過程で異常が認められなければ、パイロライザーは正常に使用できるはずです。しかし、稀に、インターフェースニードルが完全に詰まっていないため、上記 3b）では正常であると判断する可能性があります。

パイロライザーを使用し続けていると、徐々に以下に示す現象が顕著になってくることがあります。この場合は、インターフェースニードルが詰まっている可能性が高いので、インターフェースニードルの交換をお勧めします。

- サンプラーを取り外し、熱分解炉内を大気開放した時、カラム圧力の低下が緩やか（正常な場合は、すぐに大気圧まで下がる）
- サンプラーを取り付けた時、カラム圧力が設定値に復帰するのに時間がかかる。
- 試料サンプラーを取りはずす時、サンプラーのネジが硬くてまわしにくく、緩めたときにプシューと音がする。

なお、不具合が解消されない場合は、弊社にご相談下さい。

修理について

弊社における修理は原則として引き取り修理のみとさせていただいております。輸送費用については、保証期間中の場合は弊社で負担致しますので、弊社着払いでお送り下さい。保証期間外の場合は、お客様から弊社までの輸送費用は、お客様にご負担をお願い致します。

修理に関するお問い合わせは、弊社代理店又は下記弊社宛てにお願い致します。

電話：（024）935-5100　ファックス：（024）935-5102　E-mail：master@frontier-lab.com

第 7 章　基本性能の確認

熱分解 GC システムは熱分解部からカラムを経て検出器に至るまでが非常に重要であり、熱分解部・インターフェース部・GC 注入口部・分離カラム部・検出器部の各部が、それぞれに大切な役割を果たしています。従いまして、次に示す方法で、性能を確認し、最終的に熱分解 GC システムとしての性能確認をします。ご使用中に問題が生じた場合は、据付け用の UA-5 カラム（30m、0.25mm id., 0.25μm, 5%フェニルシリコーン）を用いて、この基本性能の確認操作を再確認され、問題点をより正確に、しかも迅速な解決が可能です。

注意：
性能確認にあたっては、分離カラム、試料カップなどを取り扱います。これらは先端が鋭利に尖っておりますので、安全のため、必ず保護メガネをかけてお取扱い下さい。
また、パイロライザーは高温になりますので、必ず網カバーを取付けて、ご使用下さい。

7.1 シングルショット・パイロライザーとしての基本性能の確認

7.1.1 GC 基本性能の確認（熱分解装置のついていない状態での確認）

付属の UA-5 カラムを GC に取り付けます。カラム取り付け法は各 GC 装置の取り扱い説明書に従ってください。マイクロシリンジは通常の GC 用を使用して、下図の混合 Test Mix-1 試料を１μl 注入します。分析例を Fig.7.1 に示します。

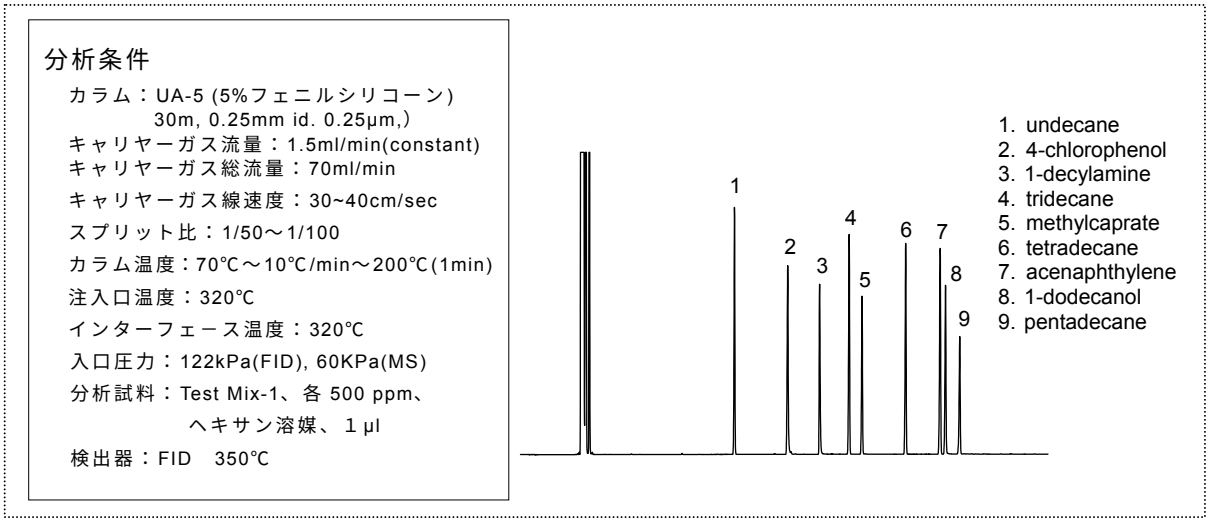


Fig. 7.1 GC システム性能検査

7.1.2 熱分解装置の GC 装着後における流路全体の不活性さと高分離能の確認

（検査報告書の Data1 に相当）

熱分解装置を取り付けます（第 3 章参照）。熱分解装置に液体試料注入用サンプラーを取り付け、7.1.1 で使用した試料を注入します。溶媒ピークは若干広がりますが、その他のピークは Fig. 7.1 になります。

≪もし、極性化合物(特にピーク No.2､3,8)がテーリングを示した場合は、熱分解管、あるいはインターフェース部ニードルの汚染が原因と考えられますので、新品と交換してください。　熱分解管は溶媒洗浄・乾燥後バーナーで赤熱します。それでも汚れが取れない場合は、0.1N 硝酸をつけた綿棒でこすってください。塩酸は内表面を激しく侵し、熱分解生成物中の化合物を吸着するため、使用しないでください。≫

7.1.3 熱分解装置の GC 装着後における基本性能（パイログラムの再現性）の確認

熱分解温度条件下での最終性能確認です。これには、①カラムチェック用標準試料を用いる方法と②ポリマーを用いる二つの確認法があります。

① **カラムチェック用試料を用いる確認法**
7.1.2 の確認をします。

② **システムチェック用ポリスチレンを用いる確認方法**（検査報告書の Data 2 に相当します。）
ポリスチレンのパイログラム（Fig.7.2）から熱分解装置の基本性能を確認することができます。このポリマーの熱分解生成物は主にモノマー、ダイマー、トライマーであり、これらの生成比率は熱分解温度が 550℃の時、約 100/8/13 と報告されております。当社では FID を検出器として用いた場合、モノマーピークに対するトライマーピークの相対面積比は 14±1.5%であり,かつその変動係数が 2%以内（5μl 白金製試料カップ使用）で得られることを保証しております。MS を使用した場合、その相対面積比は、各 MS によりますが、16%～20%となります。

熱分解装置と GC 各部の温度条件
熱分解炉温度：550℃
インターフェース温度：320℃
カラム温度：70℃～20℃/min～320℃(1min)
分析試料：ポリスチレン溶液、6μg/μl
ジクロロメタン溶媒　5μl
サンプリング後要乾燥
その他の条件は 7.1.1 と同じ

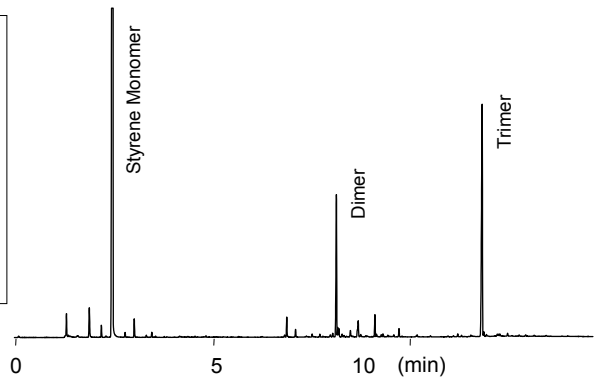


Fig. 7.2　ポリスチレン（30μg）のパイログラム（検査報告書 Data 2 に相当）

7.2 ダブルショット･パイロライザーにおける 高沸点試料の溶出性能の確認

試料には Ultra ALLOY-5 の高温チェック用試料（Test Mix-2、 ～C_{44} まで含有の混合試料）を用います。 ダブルショット用試料カップ（Eco-Cup S）に試料 5μl をとり、室温にて溶媒を除去後、ダブルショット法を用い、下記の熱脱着分析条件にて分析します。C_{18} ピークの面積を 100 とする C_{40} ピークの面積比が 70%以上であることを保証しています。これは熱分解 GC システムとして、高沸点成分の溶出の収率を確認する性能確認法です。

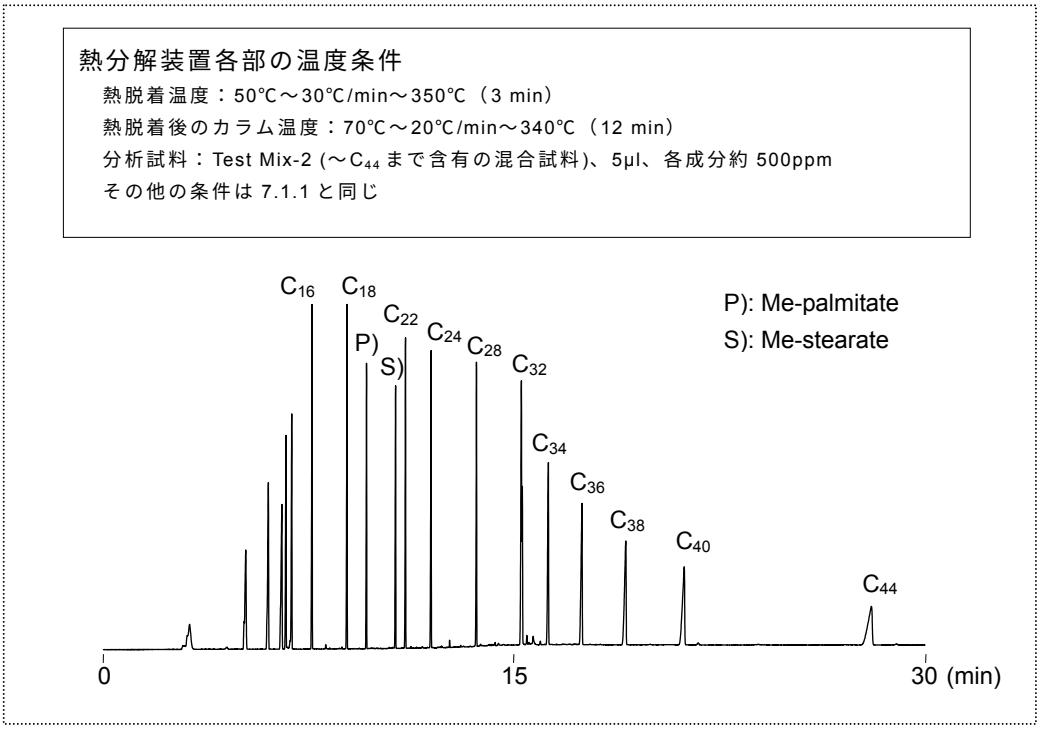


Fig. 7.3 ダブルショット法を用いた高沸点成分の溶出分析例
（検査報告書の Data3 に相当）

7.3 発生ガス分析とダブルショット法の分析例

試料を連続昇温加熱することにより、その中に含まれる揮発性成分に続いて高分子の分解による発生ガスが生じます。この発生ガスの発生状態を直接検出器（FID や MS）でモニターすることにより、試料の熱的特性を知ることができます。この発生ガス曲線から、揮発成分の熱脱着温度条件やポリマー成分の熱分解温度を推測することができます。

試料には同梱のダブルショット用ポリスチレン溶液を使用します。この試料（ダブルショット用ポリスチレン溶液）はポリスチレン（6μg/μl）のジクロロメタン溶液に、ポリスチレンに対して約 5%（wt/wt）の Me-palmitate と Me-stearate を添加したものです。以下に FID を検出器とした場合の分析例を示します。この結果から、ダブルショット法における熱脱着と熱分解温度条件を推定します。

7.3.1 発生ガス分析の確認（流路図は Fig.7.5.1 参照）[操作手順は 4-13,14 参照]

STEP1　発生ガス分析用キャピラリーチューブ（0.15 mm id.、2.5 m）の取り付け

分離カラムの代わりに標準付属品の発生ガス分析用キャピラリーチューブを取り付けます。

STEP2　熱分解装置と GC の分析条件の設定（Fig.7.5.2 参照）

① ITF TEMP は AUTO モードとします。

② 熱分解炉温度は Direct EGA Analysis の画面で設定します。

STEP3　試料の取り付け

① ディスポーザブルエコカップＳＦに試料を 5μl 採り、溶媒を揮発させます。

② ダブルショット用のスティック（エコスティック DF）を使用して、カップとスティックを一体化後に試料サンプラーに取付けます(Fig.7.4 A)。次に、試料サンプラーの上部スライド部を引き上げた状態でパイロライザーに取り付けます(Fig.7.4 B)。取付けてから空気パージナットを開いて空気をパージします（ 4-10 参照)。その後パージナットを閉じます。

STEP4　各部の温度と圧力が安定したら、START ボタンをクリックします。

READY FOR INJECTION のダイアログボックスが表示されたらサンプラー上部を押し下げて試料カップを加熱炉に導入後、 START ボタンをクリックします。(Fig.7.4 C)

≪EGA TEMP PRG がスタートします。≫

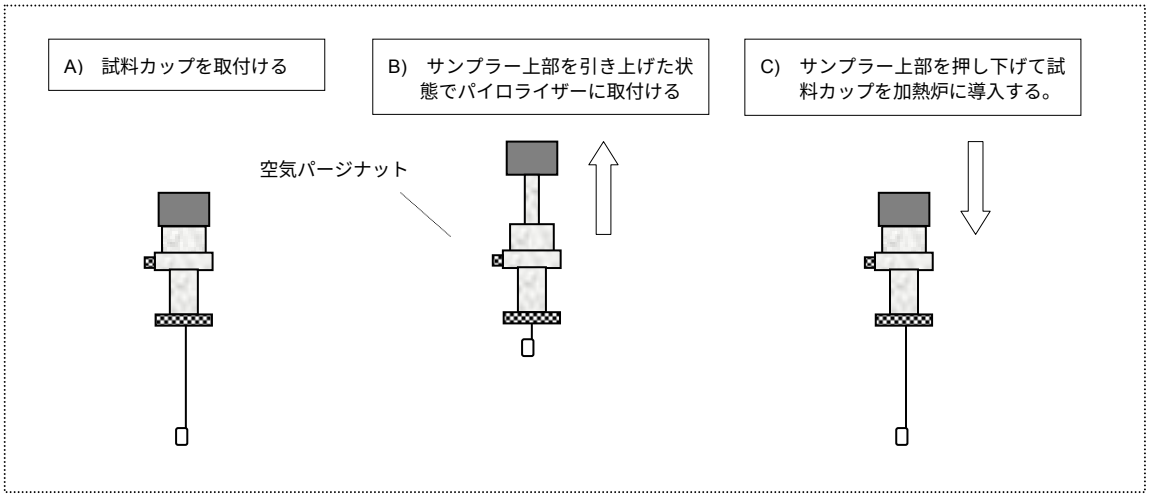


Fig. 7.4 ダブルショット法における試料導入の手順

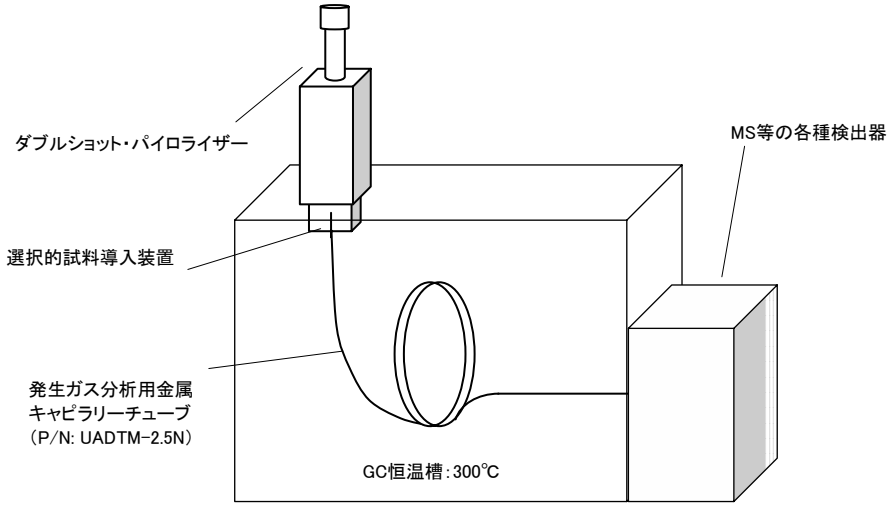


Fig. 7.5.1 発生ガス分析法の構成図

（昇温可能なパイロライザーと検出器を不活性な発生ガス分析用の長さ 2.5m、内径 0.15mm の金属キャピラリーチューブで接続し、高温に保つ。試料を昇温加熱することにより、熱脱着成分や、その構成ポリマーの熱分解に伴う発生ガスが Fig.7.5.2 のように瞬時に検出されます。）

結果は、Fig. 7.5.2 のようになります。この発生ガス曲線から、次のことがわかります。

① 50℃から 200℃にかけて揮発性成分が観測される。
② 380℃付近からポリマーの分解が始まり、500℃付近でその分解が終了している。

このことより、揮発性成分は熱脱着分析法により 50℃～200℃まで加熱することにより分析ができ、ポリマーの熱分解温度は 550℃が適当であると推測できます（弊社の経験では、再現性に優れた熱分解温度は、熱分解の終了温度に約 50℃を加えた温度と推定しております）。

熱分解装置と GC 各部の温度条件

熱分解炉温度：50℃～20℃/min～600℃
インターフェース温度：320℃（AUTO）
注入口温度：320℃
カラム温度：300℃
検出器温度：350℃（FID）
MS インターフェース温度：300℃
He : 50kPa, 総流量 : 70ml/min
スプリット比：約 1/30
発生ガス分析用
キャピラリー管：内径 0.15 mm, 長さ 2.5m
試料：ポリスチレン溶液　5µl（30µg）：FID
　　ポリスチレン溶液　2µl（12µg）：MS

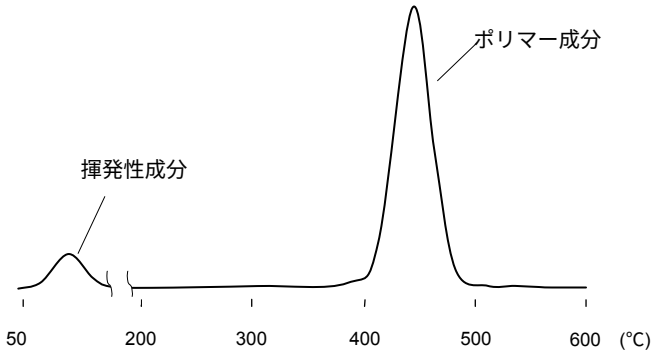


Fig. 7.5.2 発生ガス曲線

7.3.2 ダブルショット法による分析例

7.3.1 で使用した試料を Fig. 7.5.2 の結果を利用して熱脱着と自由落下による瞬間熱分解の条件を決定し、それを適用させて分析すると、Fig. 7.5.3 の A-1), A-2)に示す結果となります。

参考に、同一試料をシングルショット法で分析した場合を、B)に示します。

≪ A-1）と A-2)の混合した情報が同一パイログラムに混在しています≫

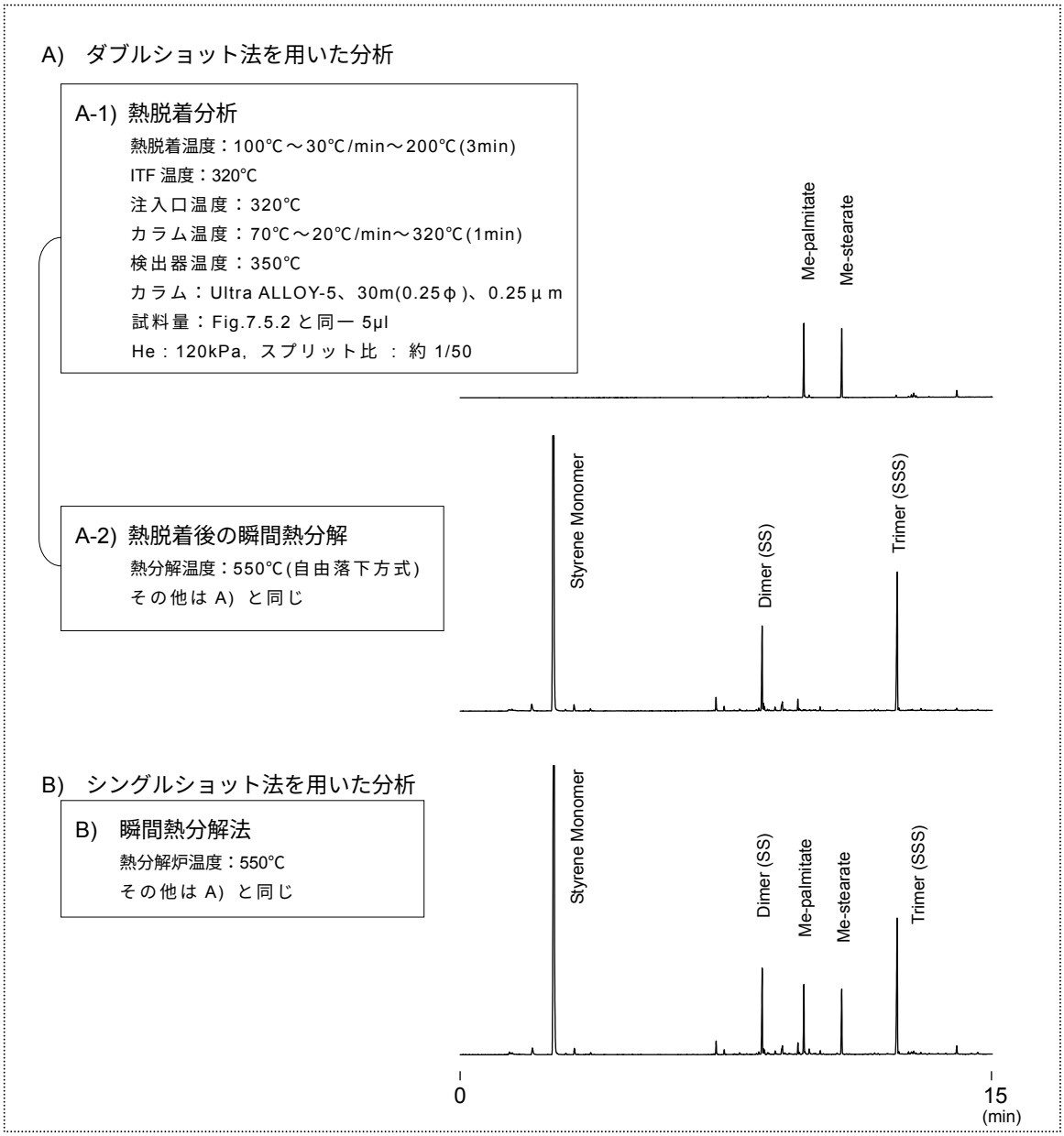


Fig. 7.5.3 ダブルショット法とシングルショット法による分析比較例

FRONTIER LABORATORIES LTD.
フロンティア・ラボ株式会社　〒963-8862 福島県郡山市菜根 1-8-14　TEL (024) 935-5100　FAX (024) 935-5102

＿＿＿年＿＿月＿＿日

ダブルショット・パイロライザー性能保証書

フロンティア・ラボ株式会社

検　査：＿＿＿＿＿＿＿＿

承　認：＿＿＿＿＿＿＿＿

ダブルショット・パイロライザーについて、以下の通り性能検査結果を報告いたします。
≪以下のデータは貴社納入パイロライザーと当社ＧＣにて測定しましたので、各クロマトグラムの再現は保証対象外です≫

分析条件

Pyrolyzer　：　ダブルショット・パイロライザー(PY-2020iD)　Serial No.＿＿＿＿＿＿＿＿

Integrator　：　Chrom Perfect，他＿＿＿＿＿

Detector　：　FID

Column　：　UA-5 (5%フェニルシリコーン)，30m (0.25mm id) 0.25μm

Carrier Gas　：　He ((参考圧) FID:122 kPa，　MS:60 kPa)
Column Flow：1.5ml/min(constant flow)，Total Flow: 70ml/min

PY-GC Interface Temp: 320℃　Injection Temp: 320℃　FID Temp: 350℃　（GC/MS ITF:280℃以上）

その他の条件はマニュアルの第７章　基本性能の確認を参照してください。

		不活性化テスト GC + PY	熱分解の再現性テスト GC + PY	熱脱着回収率テスト GC+PY (Double Shot)
工場出荷時検査	試　　料	Test Mix-1	PS《モノマー(S)とトリマー(SSS)のピーク面積による》	Test Mix-2
	注　入　量	1μl	30μg	5μl
	カラム温度	70℃~10℃/min~200℃(1min)	70℃~20℃/min~320℃(1min)	70℃~20℃/min~340℃(12min)
	ＰＹ　温　度	400℃	550℃（実測：　　℃） 《INPUT PY TEMP:　　℃》	50℃~30℃/min~350℃(3min)
	添付 DATA	DATA 1	DATA 2	DATA 3
	判定基準と実測値	ピーク形状に異常無き事	1. SSS/S =＿＿＿＿% (n=3) (判断基準: 14±1.5 %) 2.その再現性＿＿＿＿% (n=3、エコカップＳ使用) (判断基準：< 3% Eco-cup)	C_{40}/C_{18}=＿＿＿% (判断基準ピーク面積比 C_{40}/C_{18}≧70%)
	ピーク形状	□　合格	□　合格	□　合格
据付け時検査	据付け時確認項目	---------- ----------	ピーク形状確認（n=1） □　合格	---------- ----------

販　売　代　理　店：＿＿＿＿＿＿＿＿

据付け担当者署名：＿＿＿＿＿＿＿＿　＿＿＿＿年＿＿月＿＿日

お客様確認ご署名：＿＿＿＿＿＿＿＿　＿＿＿＿年＿＿月＿＿日

消耗部品リスト

	名　称	部品番号	単位	価格(円)	備　考
	1. 試料カップ及びその関連部品 （試料カップは全て特殊不活性化処理済）				
○	ディスポーザブルエコカップSF	PY1-EC50F	1 セット	30,000	50μl, 内径 3.8mm 不活性化処理済みステンレス製, 100 個入り
○	ディスポーザブルエコカップLF	PY1-EC80F	1〃	30,000	80μl, 内径 3.8mm 不活性化処理済みステンレス製, 100 個入り
	フロースルーエコカップSHF	PY1-EC50HF	1〃	7,200	50μl, 内径 3.8mm 不活性化処理済みステンレス製, 底穴あき, 20 個入り
	フロースルーエコカップLHF	PY1-EC80HF	1〃	7,200	80μl, 内径 3.8mm 不活性化処理済みステンレス製, 底穴あき, 20 個入り
○	エコスティック SF	PY1-ES10F	1〃	15,000	シングルショット用, 50 本入り
○	エコスティック DF	PY1-ES20F	1〃	15,000	ダブルショット用, 50 本入り
	エコピックアップ	PY1-EP50	1 本	9,500	エコカップ引き揚げ具
	エコスタンド	PY1-EH10	1 個	5,800	エコカップ用スタンド（S, L共用）, 試料のサンプリング時に使用
	試料カップ釣り具	PY1-1160	1〃	8,400	白金製試料カップSS, SL用引き揚げ具
	2. 熱分解加熱炉部				
○	石英熱分解管	PY1-2018	1 本	14,700	
	ニードルガイド	PY1-2014	1 個	2,400	液体試料サンプラーのマイクロシリンジ挿入部
	セプタム	PY1-2025	1 袋	1,100	液体試料サンプラー用, シリコンゴム（淡黄色）, 20 個入り
	オーリング(SM-6)	PY1-2016	1 袋	3,700	石英熱分解管シール用、赤色シリコンゴム、20 個入り
	ワッシャー2	PY1-1213	1袋	4,500	熱分解管上部シール用オーリングと合わせて使用,3 個入り
	3. 接続部品				
	インターフェースユニオン組	PY1-3510	1 組	18,900	ユニオン, インターフェースニードル（2 本）とナットのセット
	インターフェースユニオン	PY1-3511	1 個	11,000	グラファイトベスペルフェラル用（VI印を刻印）
	蓄熱アダプターキット	PY1-3570	1 式	15,800	固定ネジ、1.5mm六角レンチ付き
	ニードルナット	PY1-3512	1 袋	2,100	インターフェースニードル固定用ナット, 3 個入り
○	ニードルセット	PY1-1174	1 組	12,600	不活性化ニードル, 3 本入り （2 つの横穴）
○	グラファイトベスペルフェラル	PY1-7911	1 袋	14,700	6mm, PY1-3511 用, 5 個入り
	グラファイトフェラル	PY1-7921	1〃	9,500	6mm, PY1-3511 用,100%グラファイト, 5 個入り
	入出口パッキン	PY1-2028	1〃	1,100	配管用, シリコンゴム（淡黄色）, 穴あき, 20 個入り
	4. GC関係部品				
	セプタム（11mmφ）	PY1-7301	1 袋	3,500	HP5890/ Agilent 6890,日立G-5000 用（熱分解専用, 5 個入り）, 表面特殊処理済
	セプタム(島津用)	PY1-7302	1〃	3,500	島津製GC注入口用, 熱分解専用, 5 個入り、表面特殊処理済
	ガラスインサート（ウール入り）	PY1-3337	1本	5,800	Agilent 6890 注入口用、不活性化処理済、不活性化処理済石英ウール入り
	石英インサート	PY1-3361	1 袋	21,000	Agilent 6890 注入口用、高度不活性化処理済
	グラファイトオーリング	PY1-2202	1 本	6,300	HP5890/ Agilent 6890 注入口インサート用, 高温用, 3 個入り
	吸着トラップセット 5890SV	PY1-2212	1 組	10,500	HP5890 スプリットベント用
	吸着トラップセット 17SV	PY1-2227	1〃	15,800	島津製GC-17A/14Aスプリットベント用
	吸着トラップ管	PY1-2216	1〃	6,600	活性炭充てん済みトラップ管のみ, 全機種共用, 3 本入り、
	GC/MSコネクターキット	PY1-2210	1〃	24,200	磁場型MSへの金属キャピラリーカラムの接続キット
	GC/MSアダプター	MS604230	1〃	25,200	HP5989A, HP597X,日本電子Auto mass用（0.25, 0.32 mm idカラム用）
	ベントフリーGC/MSアダプターキット	MS402180	1 式	128,100	Vent-free管 1 本、Vent-freeホルダー、ホルダー固定具、カラムナット、GC/MSアダプター、1.5mm六角レンチ各 1 個の 1 式
	発生ガス分析用キャピラリーチューブ	UADTM-2.5N	1本	22,000	発生ガス分析用不活性金属キャピラリー管（Ultra ALLOY 2.5m, 内径 0.15mm,外径 0.47mm, ボビン付き）
	5. マジックケミソーバー （固相抽出素子）				
	マジックケミソーバーS	PY1-MC01S	1組	36,800	100%メチルシリコン、膜厚 500μm、長さ 6mm、10 個入り
	マジックケミソーバーSキット	PY1-MC01S-K	1 式	15,800	エコスティックDF 5 本、 マジックケミソーバーS 3 個, フロースルーエコカップLHF 5 個
	マジックケミソーバーL500	PY1-MC01L	1 組	36,800	100%メチルシリコン、膜厚 500μm、長さ 30mm、5 個入り
	マジックケミソーバーL500 キット	PY1-MC01L-K	1 式	37,800	エコスティックDF 5 本、 マジックケミソーバーL 500 3 個, マジックケミソーバーL用保護管 2 個
	マジックケミソーバーL100	PY1-MC02L	1 組	36,800	100%メチルシリコン、膜厚 100μm、30mm、5 個入り
	マジックケミソーバーL100 キット	PY1-MC02L-K	1 式	37,800	エコスティックDF 5 本、 マジックケミソーバーL 100 3 個, マジックケミソーバーL用保護管 2 個
	マジックケミソーバー保護管	PY1-MCP01	1 組	22,100	マジックケミソーバーL用保護管、3 個入り

名　称	部品番号.	単位	価格(円)	備　考
6. ハリス・マイクロパンチャー （薄片試料を簡単迅速に円形に切り出してサンプリングできる道具）				
ハリス・マイクロパンチャー050	HMP-0.50D	1組	20,800	試料切り出しサイズ 0.5mmΦ、青、10 本入り
ハリス・マイクロパンチャー075	HMP-0.75D	1組	20,800	試料切り出しサイズ 0.75mmΦ、緑、10 本入り
ハリス・マイクロパンチャー125	HMP-1.25D	1組	20,800	試料切り出しサイズ 1.25mmΦ、赤、10 本入り
ハリス・マイクロパンチャー200	HMP-2.00D	1組	20,800	試料切り出しサイズ 2.00mmΦ、黒、10 本入り
ハリス・カッティングマット	HCM-6575	1 組	9,500	カッティングマット、ハリス・マイクロパンチャーと合わせてご使用下さい。65 x 75mm角、5 枚入り
ハリス・01 キット	HMP-01KIT	1 組	26,900	4 つの切り出しサイズのハリス・マイクロパンチャー各 3 本、ハリス・カッティングマット 2 枚入り
7. 消耗品セット（約 1 年分）				
消耗部品セット（ダブルショット用）	PY-K202D	1 組	208,000	ディスポーザブルエコカップSF、ディスポーザブルエコカップLF、エコスティックSF、エコスティックDF、エコスタンド、石英熱分解管、ニードルセット、6mmグラファイトベスペルフェラル、エコピックアップ、セプタム（液体試料サンプラー用）
消耗部品セット（シングルショット用）	PY-K202S	1 組	208,000	ディスポーザブルエコカップSF、ディスポーザブルエコカップLF、エコスティックSF、エコスティックDF、エコスタンド、石英熱分解管、ニードルセット、6mmグラファイトベスペルフェラル、エコピックアップ、セプタム（液体試料サンプラー用）
8. データ集				
EGA・パイログラムデータ集	PY1-7905	1冊	52,500	136 種類の代表ポリマーでMSを検出器として測定した発生ガス（EGA）およびその平均MSスペクトルとパイログラム集
9. その他				
ポリマープレッパー	PY1-7510	1組	17,900	Py-GC、FT-IR、XRD測定などに用いるプラスチック試料の微粉末化に使用、3 本入り、クリーニングテープ 1 巻（2m）つき
クリーニングテープ	PY1-7515	1組	6,800	ポリマープレッパー用クリーニングテープ2m巻き、3巻セット

部品名称に〇印を付記したものは、日常のメインテナンスに必要な消耗部品です。
価格と仕様は予告なく変更になることがありますので、ご発注の際は、弊社代理店にお問い合わせください。
ご発注金額が 10, 000 円未満の場合は、別途送料として 1000 円をいただきます。
この価格は 2008 年 1 月 1 日から適用されます。

オプション製品一覧

弊社ダブルショット・パイロライザー又はシングル･ショットパイロライザーを、より便利にかつ効率よくご使用いただける様に、各種オプション製品を取り揃えております。詳しい内容については、弊社販売代理店又は弊社あてにお問い合わせ下さい。

製品番号	製品名称	製品概要
PY-1010E	選択的試料導入装置 （SS-1010E）	熱分解装置からの発生ガスの任意温度画分をカラム入口部でのガス差圧を利用して分離カラムに導入する装置。 ダブルショット・パイロライザーと組み合わせて使用することにより、最多4温度画分までの自動分析が可能。
PY-1020E	オートショット･サンプラー （AS-1020E）	試料数48、ダブルショット・パイロライザー用オートサンプラー
PY-1030E	マイクロジェット・クライオトラップ （MJT-1030E）	GC高温槽内に位置する分離カラムの入り口部分を局部的に液体窒素のジェット流で冷却し、C4 以上の成分をトラップし、その後急速に加熱が可能なクライオトラップ。
PY-1050E	キャリヤーガス切換え装置 （CGS-1050E）	空気などの活性ガス中での熱分解あるいは加熱反応分析をする場合にヘリウムガスとの切換えを容易にするための装置。
PY-1082E	F-Search （ポリマー発生ガス/パイログラムーMSライブラリー、添加剤ライブラリー）	MSを検出器に用いた発生ガスとパイログラムからのポリマー検索が可能。Agilent、島津製作所、日本電子各社GC/MSデータ及びNet CDFフォーマットに対応。165 種類のポリマー、295 の発生ガス平均MSスペクトル、494 のパイログラムMSスペクトル、329 種類の添加剤と約 3000 のMSスペクトルを収録。
PY-1086E	F-Search （基本検索ソフトウェア）	PY-1087E、PY1-1088E、PY1-1089Eのライブラリーの基本検索ソフトウェア。
PY-1087E	EGA-MS 06 ライブラリー	発生ガスMSライブラリー。165 種類のポリマー、245 の発生ガス平均MSスペクトルを収録。
PY-1088E	PyGC-MS06 ライブラリー	Py-GC/MSライブラリー。165 種類のポリマー、642 のパイログラムMSスペクトルを収録。
PY-1089E	ADD-MS06 ライブラリー	ポリマー用添加剤ライブラリー。329 種類の添加剤、約 3000 のMSスペクトルを収録。
PY-K202D	ダブルショット用消耗部品セット	ダブルショット・パイロライザーで使用する主な消耗部品約 1 年分をセットにした製品。
PY-K202S	シングルショット用消耗部品セット	シングルショット・パイロライザーで使用する主な消耗部品約 1 年分をセットにした製品。
PY1-7905	EGA/パイログラムデータ集	ポリマーのパイログラムとEGAサーモグラム（平均MSスペクトル付き）PY-1080Eに標準付属する（PowerPointファイルにて）ものを製本した物。
PY1-2210	GC/MSコネクターキット	Ultra ALLOY金属キャピラリーカラムを磁場型MSでの使用を可能とする、溶融シリカのキャピラリーチューブとの接続キット。Q-Pole型MSには不用。
MS604230	GC/MSアダプター	分離カラムのMS接続部分にグラファイト100%のフェラルの使用を可能とした製品。GCオーブン温度の上げ下げの繰り返しによっても、カラム接続部にリークが生じないため、増し締め不要。
MS402140	Vent free GC/MSアダプターキット	MS検出器を大気開放させることなく分離カラムやEGAチューブの交換が容易に可能。大幅な作業時間の短縮になる。
	Ultra ALLOY金属キャピラリーカラム	溶融シリカキャピラリーカラムと比べて、機械的強度、耐熱性、耐汚染性に優れる。

オプション製品一覧

弊社ダブルショット・パイロライザー又はシングル･ショットパイロライザーを、より便利にかつ効率よくご使用いただける様に、各種オプション製品を取り揃えております。詳しい内容については、弊社販売代理店又は弊社あてにお問い合わせ下さい。

製品番号	製品名称	製品概要
PY-1010E	選択的試料導入装置 （SS-1010E）	熱分解装置からの発生ガスの任意温度画分をカラム入口部でのガス差圧を利用して分離カラムに導入する装置。 ダブルショット・パイロライザーと組み合わせて使用することにより、最多4温度画分までの自動分析が可能。
PY-1020E	オートショット･サンプラー （AS-1020E）	試料数48、ダブルショット・パイロライザー用オートサンプラー
PY-1030E	マイクロジェット・クライオトラップ （MJT-1030E）	GC 高温槽内に位置する分離カラムの入り口部分を局部的に液体窒素のジェット流で冷却し、C4 以上の成分をトラップし、その後急速に加熱が可能なクライオトラップ。
PY-1050E	キャリヤーガス切換え装置 （CGS-1050E）	空気などの活性ガス中での熱分解あるいは加熱反応分析をする場合にヘリウムガスとの切換えを容易にするための装置。
PY-1080E	発生ガス/パイログラムーMS ライブラリー （EGA/PyChro MS LIB） Agilent ChemStation 用	MS を検出器に用いた発生ガスとパイログラムからのポリマー検索が可能。165 種類のポリマー、298 の発生ガス平均 MS スペクトル、493 のパイログラム MS スペクトルを収録。
PY-1081E	F-Search （発生ガス/パイログラムーMS ライブラリー）	MS を検出器に用いた発生ガスとパイログラムからのポリマー検索が可能。Agilent、島津製作所、日本電子各社 GC/MS データ及び Net CDF フォーマットに対応。165 種類のポリマー、298 の発生ガス平均 MS スペクトル、493 のパイログラム MS スペクトルを収録。
PY-1085E	発生ガスーMS ライブラリー (EGA-MS LIB) Agilent ChemStation 用	MS を検出器に用いた発生ガスからのポリマー検索が可能。136 種類のポリマー、245の発生ガス平均 MS スペクトルを収録。
PY-1090E	パイログラムーMS ライブラリー （PyChro-MS LIB） Agilent ChemStation 用	MS を検出器に用いたパイログラムからのポリマー検索が可能。136 種類のポリマー、642のパイログラム MS スペクトルを収録。
PY-K202D	ダブルショット用消耗部品セット	ダブルショット・パイロライザーで使用する主な消耗部品約 1 年分をセットにした製品。
PY-K202S	シングルショット用消耗部品セット	シングルショット・パイロライザーで使用する主な消耗部品約 1 年分をセットにした製品。
PY1-7905	EGA/パイログラムデータ集	ポリマーのパイログラムと EGA サーモグラム（平均 MS スペクトル付き）PY-1080E に標準付属する（PowerPoint ファイルにて）ものを製本した物。
PY1-2210	GC/MS コネクターキット	Ultra ALLOY 金属キャピラリーカラムを磁場型 MS での使用を可能とする、溶融シリカのキャピラリーチューブとの接続キット。Q-Pole 型 MS には不用。
MS604230	GC/MS アダプター	分離カラムの MS 接続部分にグラファイト100%のフェラルの使用を可能とした製品。GC オーブン温度の上げ下げの繰り返しによっても、カラム接続部にリークが生じないため、増し締め不要。
MS402140	Vent free GC/MS アダプターキット	MS 検出器を大気開放させることなく分離カラムや EGA チューブの交換が容易に可能。大幅な作業時間の短縮になる。
	Ultra ALLOY 金属キャピラリーカラム	溶融シリカキャピラリーカラムと比べて、機械的強度、耐熱性、耐汚染性に優れる。

ご意見・ご質問用紙

ダブルショット・パイロライザーをお買い上げいただきまして誠にありがとうございます。弊社は、ユーザーの皆様のお声を反映し、よりご満足をいただけるように努力する所存です。つきましては、弊社製品やサービスについてのご意見やご質問ならびに皆様が直面している分析上の問題点など、何でもけっこうですから、FAX や **E-mail (master@frontier-lab.com)**などで是非お聞かせいただきたくお願いする次第です。なお様式は問いませんが、下表記入欄の項目についてお知らせいただければ幸いに存じます。
ご意見をいただきました方には粗品を差し上げております。

ご意見、ご質問　（FAX:024-935-5102） **年　　月　　日**	
ご所属機関：	部署名：
お名前：	E-mail：
TEL：	FAX：
住所：（〒　　-　　）	